

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

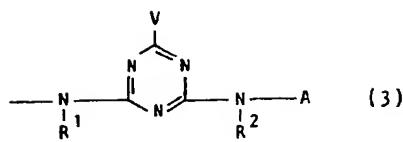
Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

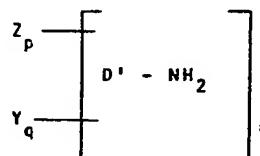
- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

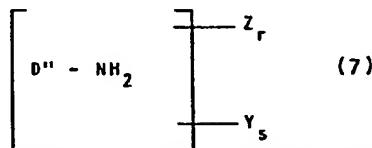
**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**



dar, worin R^1 und R^2 gleich oder verschieden voneinander sind und jedes ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen bedeutet, V ein Chlor- oder Bromatom ist und A für ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 6 C-Atomen steht, die substituiert sein kann, oder ein Rest der Formel -B-Z ist, in welcher B den Phenyl- oder Naphthylenrest bedeutet, die beide durch Sulfo, Chlor, Methyl, Äthyl, Methoxy und Äthoxy substituiert sein können und Z die obengenannte Bedeutung besitzt, m steht für die Zahl Null oder 1 und n für die Zahl 1 oder 2, wobei $(m + n)$ gleich 2 ist; die Verbindungen der Formel (1) enthalten zwingend mindestens 2 der im Molekül möglichen oben erwähnten faserreaktiven Reste. Die neuen Disazoverbindungen werden hergestellt, indem man in äquimolaren Mengen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure oder -4,6-disulfonsäure mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen Formel



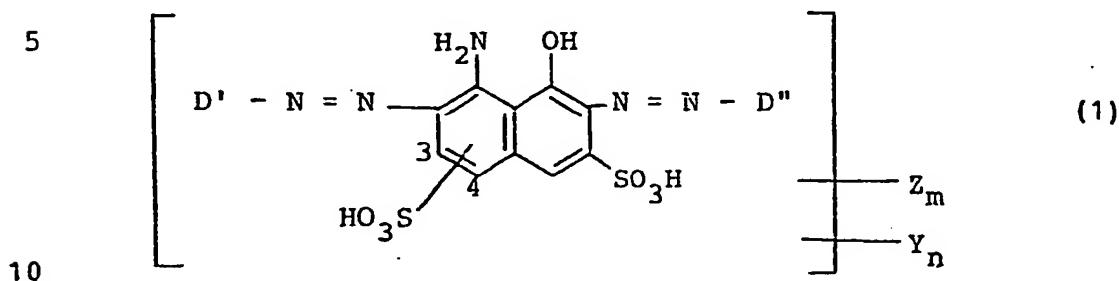
in welcher D'' , Z und Y die obengenannte Bedeutung besitzen und p und q jedes für die Zahl Null oder 1 steht, sauer kuppelt und die gebildete Monoazoverbindung nachfolgend mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen Formel (7)



in welcher D'' , Z und Y die obengenannten Bedeutungen haben und r und s jedes für die Zahl Null oder 1 steht, umsetzt. Die neuen Disazoverbindungen zeigen sehr gute Farbstoffeigenschaften; sie besitzen insbesondere gute faserreaktive Eigenschaften und liefern demgemäß nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe auf hydroxy- und carbonamidgruppen-haltigen Materialien, insbesondere Fasermaterialien, wie Wolle und Baumwolle, farbstarke und echte Färbungen und Drucke.

Wasserlösliche Disazoverbindungen, Verfahren zu deren Herstellung und ihre Verwendung als Farbstoffe

Mit der vorliegenden Erfindung wurden neue wasserlösliche Disazoverbindungen gefunden, die, in Form der freien Säure geschrieben, die allgemeine Formel (1)



besitzen. Diese neuen Verbindungen können in Form der freien Säure und in Form ihrer Salze vorliegen. Bevorzugt sind sie in Form der Salze, insbesondere der Alkali- und Erdalkalimetallsalze, insbesondere bevorzugt als Natrium-, Kalium- und auch Calciumsalze. Sie finden bevorzugt in Form der Alkalimetallsalze Verwendung zum Färben von vorzugsweise Fasermaterialien.

- 20 Die Formelreste der obigen Formel (1) haben die folgende Bedeutung:

· D' ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind und zusätzlich durch einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl, wie Äthyl und insbesondere Methyl, und niederes Alkoxy, wie Äthoxy und insbesondere Methoxy, substituiert sein können;

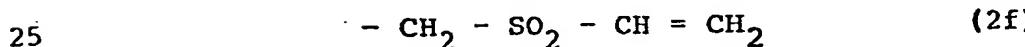
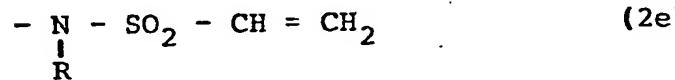
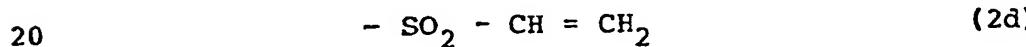
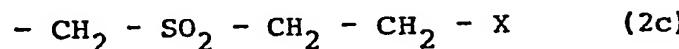
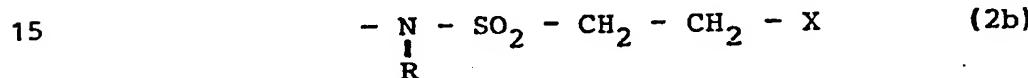
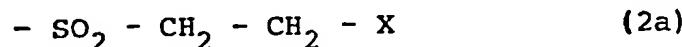
D" ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind ^{wid} zusätzlich durch

einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl, wie Äthyl und insbesondere Methyl, und niederes Alkoxy, wie Äthoxy und insbesondere Methoxy, substituiert sein können;

5 D' und D" können zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen;

die eine Sulfogruppe im Disulfo-1-amino-8-hydroxy-naphthylen-Rest steht in 3- oder 4-Stellung dieses Naphthalinrestes;

10 z ist eine Gruppe der Formel (2a), (2b), (2c), (2d), (2e) oder (2f)



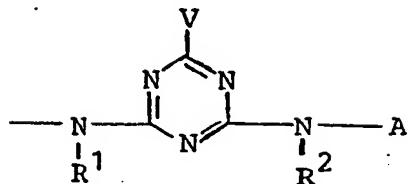
in welchen R eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen, vorzugsweise die Methylgruppe, darstellt und

X ein Chloratom oder die Acetoxygruppe oder die Thiosulfatogruppe der Formel $-\text{S}-\text{SO}_3^{\text{H}}$ (in Form der freien Säure geschrieben) oder die Phosphatogruppe der Formel $-\text{O}-\text{PO}_3^{\text{H}_2}$ (in Form der freien Säure geschrieben) oder vorzugsweise die Sulfatogruppe der Formel $-\text{OSO}_3^{\text{H}}$ (in Form der freien Säure geschrieben)

35 bedeutet;

Y ist ein Rest der Formel (3)

5



(3)

in welcher bedeuten:

- 10 R¹ ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von
1 bis 4 C-Atomen;
- 15 R² ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von
1 bis 4 C-Atomen, wobei
R¹ und R² zueinander gleiche oder voneinander verschie-
dene Bedeutungen besitzen können;
- 20 V ist das Chlor- oder Bromatom;
- 25 A ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von
1 bis 6 C-Atomen, die substituiert sein kann, bei-
spielsweise durch einen oder zwei Substituenten aus
der Gruppe Methoxy, Äthoxy, Hydroxy, Acetyloxy,
Phosphato, Sulfato, Sulfo, Carboxy, Phenyl und Sulfo-
phenyl, oder ist der Phenylrest, der durch Substi-
tuenten aus der Gruppe Methyl, Äthyl, Methoxy,
Äthoxy, Chlor, Brom, Carboxy, Sulfo, Carbamoyl und
Sulfamoyl substituiert sein kann, oder ist ein Rest
der Formel (4)

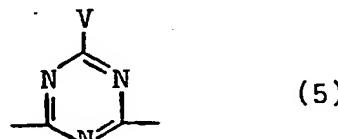
- B - Z

(4)

in welcher bedeuten:

- 30 B ist der Phenyl- oder Naphthylenrest, die durch
ein oder zwei Substituenten substituiert sein kön-
nen, die ^{aus} der Menge aus einer Sulfogruppe, einem
Chloratom, einem oder zwei Methyl- oder Äthylgruppen
und einer oder zwei Methoxy- oder Äthoxygruppen aus-
gewählt sind, und
- 35 Z besitzt die vorstehend genannte Bedeutung;

m ist die Zahl Null oder 1 und
n ist die Zahl 1 oder 2, wobei
die Summe von (m + n) gleich 2 ist und
die Verbindung der Formel (1) mindestens zwei der im Molekül
5 möglichen Reste entsprechend den oben definierten Formeln
(2a) bis (2f) und der nachstehenden Formel (5)

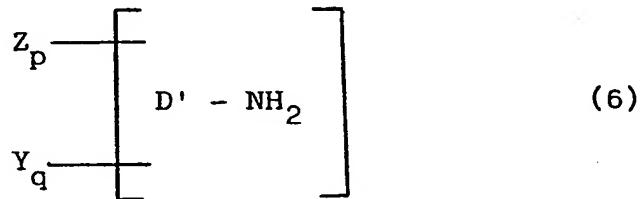


10

mit V der obengenannten Bedeutung zwingend enthält.

Die Angabe "niedere" bedeutet hier wie im folgenden, daß in dem so bezeichneten Rest (bzw. Verbindung) der aliphatische
15 Rest bevorzugt ein solcher von 1 bis 4 C-Atomen ist.

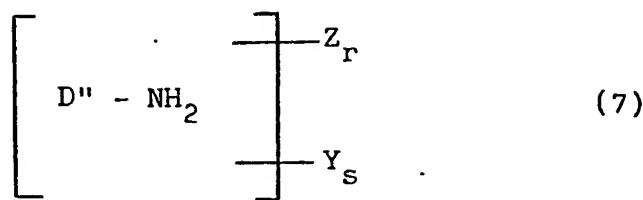
Die vorliegende Erfindung betrifft weiterhin ein Verfahren
zur Herstellung der neuen Disazoverbindungen der allgemeinen
Formel (1), das dadurch gekennzeichnet ist, daß man in äqui-
20 molaren Mengen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure oder
1-Amino-8-naphthol-4,6-disulfonsäure im mittelstark bis stark
sauren Bereich, vorzugsweise bei einem pH-Wert zwischen 0,5
und 4,5 und bei einer Temperatur zwischen 0 und 25°C, mit
einer Diazoniumverbindung eines Amins der allgemeinen For-
25 mel (6)



30

in welcher D', Z und Y die obengenannten Bedeutungen haben
und p und q jedes für die Zahl Null oder 1 steht, und nach-
folgend im schwach sauren bis schwach alkalischen Bereich,
vorzugsweise bei einem pH zwischen 4,5 und 8,0 und bei einer
35 Temperatur zwischen 0 und 30°C, mit einer Diazoniumverbin-
dung eines Amins der allgemeinen Formel (7)

5



in welcher D'' , Z und Y die obengenannte Bedeutung besitzen und r und s jedes für die Zahl Null oder 1 steht, umsetzt und hierbei die erste Diazoniumverbindung in o-Stellung zur Aminogruppe des Aminonaphthols zur Monoazoverbindung kuppelt und die zweite Diazoniumverbindung in o-Stellung zur Hydroxygruppe der gebildeten Monoazoverbindung einführt, wobei man die Amine der allgemeinen Formeln (6) und (7) so auswählt, daß die Summe von $(p + q)$ gleich 1, die Summe von $(r + s)$ gleich 1, die Summe von $(p + r)$ gleich Null oder 1 und die Summe von $(q + s)$ gleich 1 oder 2 ist. - In den Diazokomponenten der allgemeinen Formeln (6) und (7) können die Formelreste D' , D'' , Z und Y zueinander gleiche oder von einander verschiedene Bedeutungen besitzen und in einer und derselben Aminoverbindung die Formelreste R^1 und R^2 jeweils gleiche oder verschiedene Bedeutungen zueinander haben. Weiterhin kann der eventuell in Y vorhandene Rest Z von dem eventuell vorhandenen, an D' oder D'' direkt gebundenen Rest Z verschieden sein. Die zur Herstellung der erfindungsgemäßen Disazoverbindungen in die Reaktion eingesetzten beiden Amine können somit entweder die gleiche oder eine voneinander verschiedene Konstitution haben.

Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6) und der allgemeinen Formel (7), in welchen q gleich Null bzw. s gleich Null ist, sind beispielsweise in den deutschen Patentschriften 1 278 041, 1 276 842, 1 150 163, 1 126 542, 1 153 029 und in den deutschen Offenlegungsschriften 21 54 943, 21 00 080, 20 34 591, 19 43 904 und in der deutschen Auslegeschrift 1 204 666 beschrieben.

35 Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6) und der allgemeinen Formel (7), in welchen p gleich Null bzw. r gleich Null ist, lassen sich beispielsweise analog der in der deutschen Patentschrift 485 185 beschriebenen Verfahrensweise durch Umsetzung einer entsprechenden Aminover-

bindung mit Cyanurchlorid oder Cyanurbromid und anschließender zweiter Kondensationsreaktion mit einer Diaminobenzol- oder Diaminonaphthalin-Verbindung der Formel
 $R^1 - NH - D' - NH_2$ oder $R^1 - NH - D'' - NH_2$ herstellen.

5

Die Diazotierung der Amine der allgemeinen Formeln (6) und (7) erfolgt in bekannter und üblicher, dem Fachmann geläufiger Weise, beispielsweise mittels salpetriger Säure (Alkalinitrit und eine starke Säure), Nitrosylschwefelsäure oder einem niederen Alkylnitrit.

Die Kupplungsreaktion des diazotierten Amins der allgemeinen Formel (6) mit der 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure wird zuerst in saurem Medium, 15 wie bei einem pH-Wert zwischen 0 und 3, analog bekannten Verfahrensweisen durchgeführt, so daß diese Diazoniumverbindung in die 2-Stellung des Naphthalinrestes kuppielt; anschließend wird die Kupplung mit der zweiten Diazokomponente in schwach saurem bis schwach alkalischem Medium, 20 wie bei einem pH-Wert zwischen 3,5 und 8, durchgeführt, wobei die Kupplung in 7-Stellung des Naphthalinrestes der gebildeten Monoazoverbindung erfolgt. Solche Verfahrensweisen sind beispielsweise aus den deutschen Patentschriften 960 534 und 1 644 198 bekannt.

25

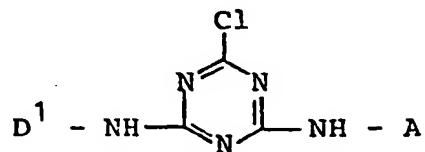
Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6), in welcher q gleich Null ist, bzw. der allgemeinen Formel (7), in welcher s gleich Null ist, sind beispielsweise: Anilin-3- β -sulfatoäthylsulfon, Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon, 30 2-Amino-toluol-4- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Amino-anisol-4- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Amino-anisol-5- β -sulfatoäthylsulfon,

- 2,5-Dimethoxy-anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon, 2,4-Dimethoxy-anilin-5- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Methoxy-5-methyl-anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon, 4-Amino-anisol-3- β -sulfatoäthylsulfon, 4-Amino-toluol-3- β -sulfatoäthylsulfon, 4- β -Sulfato-
 5 äthylsulfonyl-anilin-2-sulfonsäure, 5- β -Sulfatoäthylsulfonyl-anilin-2-sulfonsäure, 2-Amino-toluol-5- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Chlor-anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Chlor-anilin-5- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Brom-anilin-4- β -sulfato-äthylsulfon, 2,6-Dichlor-anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon,
 10 2,6-Dimethyl-anilin-3- β -sulfatoäthylsulfon, 2,6-Dimethyl-anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Naphthylamin-5- β -sulfato-äthylsulfon, 2-Naphthylamin-6- β -sulfatoäthylsulfon, 2-Naphthylamin-8- β -sulfatoäthylsulfon, 8- β -Sulfatoäthylsulfonyl-2-amino-naphthalin-6-sulfonsäure, 6- β -Sulfato-
 15 äthylsulfonyl-2-amino-naphthalin-1-sulfonsäure, N-Methyl-N- β -sulfatoäthylsulfonyl-p-phenylenediamin, N-Methyl-N- β -sulfatoäthylsulfonyl-m-phenylenediamin, (4-Aminobenzyl)-(β -sulfatoäthyl)-sulfon, (3-Aminobenzyl)-(β -sulfatoäthyl)-sulfon
 20 sowie deren entsprechende β -Chloräthyl-, β -Acetoxy-äthyl-, β -Phosphatoäthyl-, β -Thiosulfatoäthyl- und Vinylsulfonyl-Derivate.

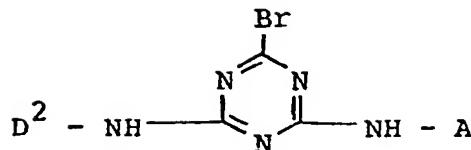
25

Aromatische Amine der allgemeinen Formel (6), in welcher p gleich Null ist, bzw. der allgemeinen Formel (7), in welcher r gleich Null ist, sind beispielsweise Verbindungen entsprechend den allgemeinen Formeln (8a), (8b) und (8c)

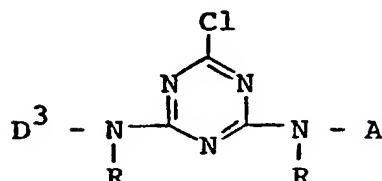
30



- 8 -



10



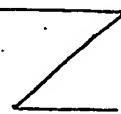
15

worin D^1 bspw. den 3-Amino-4-sulfo-phenyl-, den 4-Amino-3-sulfo-phenyl-, den 4-Amino-2,5-disulfo-phenyl-, den 3-Amino-4,6-disulfo-phenyl-, den 4-Amino-phenyl-, den 3-Amino-2-methyl-5-sulfo-phenyl-, den 3-Amino-4-chlor-phenyl-, den 4-Amino-3,5-disulfo-phenyl-, den 3-Amino-4-methyl-phenyl-, den 3-Amino-4-methoxy-phenyl-, den 6-Amino-4,8-disulfo-naphth-2-yl-, den 5-Amino-3,7-disulfo-naphth-1-yl- oder den 3-Amino-phenyl-Rest bedeutet, D^2 bspw. der 3-Amino-4-sulfo-phenyl- oder den 4-Amino-3-sulfo-phenyl-Rest und D^3 bspw. 3-Amino-4-sulfo-phenyl-, der 4-Amino-3-sulfo-phenyl- oder der 4-Amino-phenyl-Rest ist und das eine R ein Wasserstoffatom und das andere R eine Methylgruppe darstellt sowie A jeweils beispielsweise ein Wasserstoffatom, eine 20 Methyl-, Äthyl-, n-Propyl-, i-Propyl-, eine β -Hydroxyäthyl-, β -Sulfatoäthyl-, β -Methoxyäthyl-, β -Sulfoäthyl-, Carboxymethyl-, β -Carboxyäthyl-, Benzyl-, β -Phenäthyl-, Phenyl-, 25 4-Sulfophenyl-, 3-Sulfophenyl-, 3-Carboxyphenyl-, 4-Carboxyphenyl-, 2,5-Disulfophenyl- oder einen 3-Hydroxy-4-carboxyphenyl-Rest bedeutet oder der Formelrest A jeweils einen 30 Rest der allgemeinen Formel (4a)

- B - Z¹ (4a)

35 darstellt, in welcher B beispielsweise den 1,4-Phenylen-, 1,3-Phenylen-, 4-Methyl-1,3-phenylen-, 4-Methoxy-1,3-phenylen-, 3-Methoxy-1,4-phenylen-, 2,5-Dimethoxy-1,4-

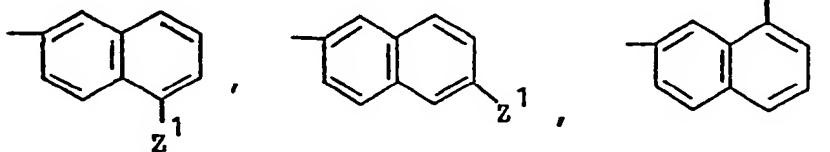
phenylen-, 4,6-Dimethoxy-1,3-phenylen-, 2-Methyl-5-methoxy-
1,4-phenylen-, 3-Chlor-1,4-phenylen-, 6-Methoxy-1,3-pheny-
len-, 6-Methyl-1,3-phenylen-, 4-Sulfo-1,3-phenylen-,
4-Methyl-1,3-phenylen-, 4-Chlor-1,3-phenylen-, 3-Brom-1,4-
5 phenylen- oder den 2,4-Dimethyl-1,3-phenylen-Rest mit
jeweils der nachstehend definierten Gruppe Z^1 in 1-Stellung
der Phenylenreste gebunden darstellt



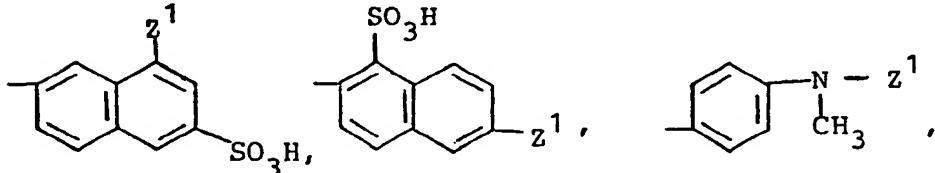
und Z^1 für

- 10 die β -Chloräthylsulfonyl-, β -Acetoxy-äthylsulfonyl-,
 β -Thiosulfatoäthylsulfonyl-, β -Phosphatoäthylsulfonyl- oder
die Vinylsulfonyl-Gruppe oder bevorzugt für die β -Sulfato-
äthylsulfonyl-Gruppe steht, oder in welchen der Formelrest
A jeweils einen der nachstehend formelmäßig angegebenen
15 Reste

20



25



30

bedeutet, in welchen Z^1 eine der obengenannten Bedeutungen
besitzt.

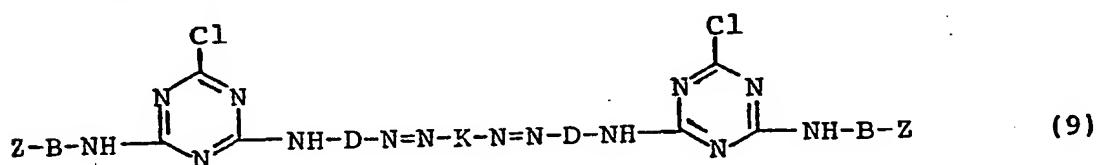
Die Abscheidung bzw. Isolierung der erfindungsgemäß herge-
35 stellten Verbindungen der allgemeinen Formel (1) erfolgt

nach allgemein bekannten Methoden entweder durch Ausfällen aus dem Reaktionsmedium mittels Elektrolyten, wie beispielsweise Natriumchlorid oder Kaliumchlorid, oder aber durch Eindampfen der Reaktionslösung, beispielsweise durch Sprüh-5 trocknung. In manchen Fällen kann es auch wünschenswert sein, die Farbstofflösung, gegebenenfalls nach Zusatz von Puffersubstanzen und gegebenenfalls nach eventuellem Konzentrieren, direkt als Flüssigpräparation der färberischen Verwendung zuzuführen.

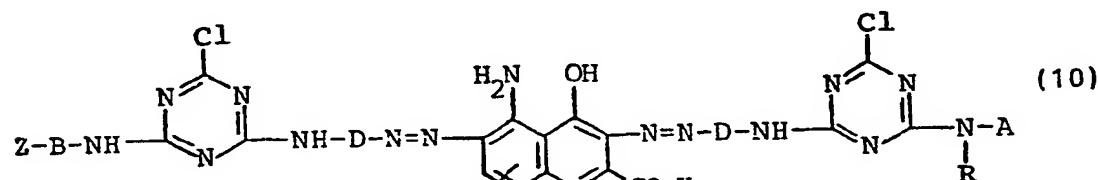
10

Von den erfundungsgemäßen Verbindungen sind solche bevorzugt, die den allgemeinen Formeln (9), (10), (11), (12), (13) und (14) entsprechen:

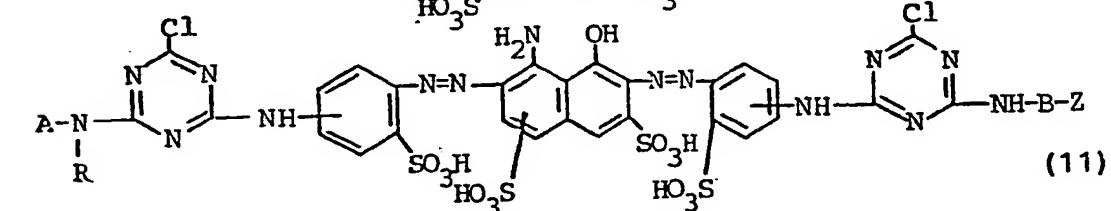
15



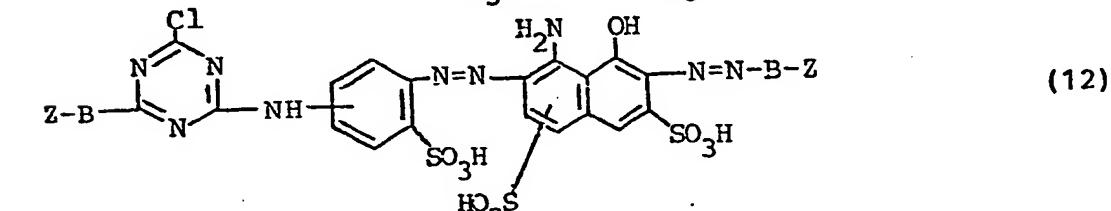
20



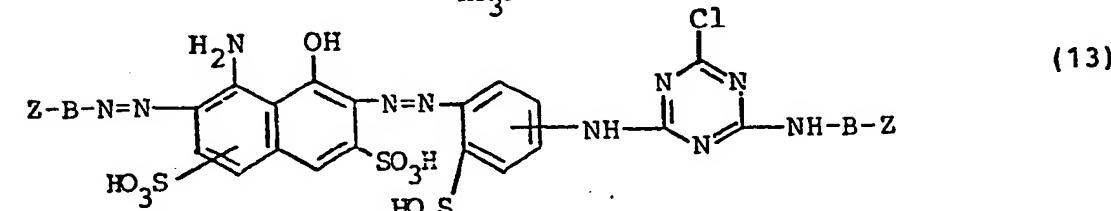
25



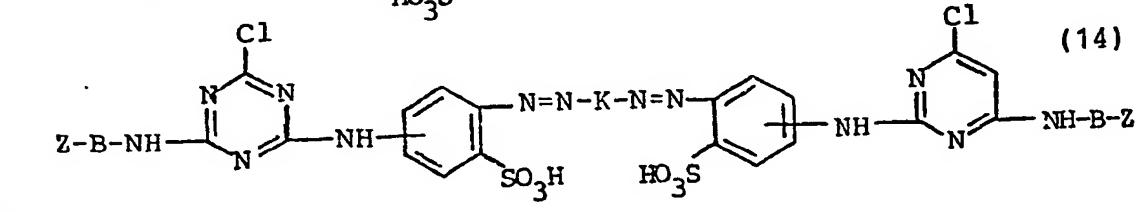
30



35



40



In diesen Formeln bedeuten:

- Z hat die obengenannte Bedeutung, ist jedoch bevorzugt die β -Sulfatoäthylsulfonyl- oder Vinylsulfonylgruppe;
- B ist der Phenylrest, der durch eine Sulfogruppe oder durch eine Methylgruppe oder Methoxygruppe oder ein Chloratom oder zwei Methoxygruppen oder eine Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein kann, wobei die beiden Formelreste B gleich oder verschieden voneinander sein können;
- 10 D ist der Phenylrest, der durch eine oder zwei Sulfo- gruppen oder eine Methoxygruppe, eine Methylgruppe oder ein Chloratom oder durch zwei Methoxygruppen oder durch eine Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein kann, wobei die beiden Formelreste D gleich oder verschieden voneinander sein können;
- 15 A ist eine Methyl- oder Äthylgruppe, eine β -Hydroxyäthyl-, β -Sulfoäthyl-, Carboxyäthyl-, β -Sulfatoäthyl- oder Sulfophenylgruppe;
- R ist ein Wasserstoffatom, eine Methyl- oder Äthylgruppe;
- 20 K steht für den bivalenten Rest der als Kupplungskompo- nente dienenden, doppel-ankuppelbaren 1-Amino-8-naphthol- 3,6- oder -4,6-disulfonsäure;
die beiden freistehenden Aminobrücke in Formel (11) stehen in meta- oder para-Stellung zu den Azogruppen gebunden.
- 25 Die erfindungsgemäßen Disazoverbindungen der allgemeinen Formel (1) besitzen wertvolle Farbstoffeigenschaften, die gleichzeitig in Folge ihrer Chlor- oder Bromtriazinylen- Komponente und des Restes Z faserreaktive Eigenschaften auf- weisen. Die neuen Verbindungen werden bevorzugt zum Färben (im allgemeinen Sinne) von hydroxy-, amino- oder carbon- amidgruppenhaltigen Materialien, beispielsweise in Form von Flächengebilden, wie Papier und Leder, oder in der Masse, wie Polyamid und Polyurethan, insbesondere von solchen
- 30 Materialien in Faserform, verwendet.
- 35

Die vorliegende Erfindung betrifft somit auch die Verwendung der Verbindungen der allgemeinen Formel (1) zum Färben (einschließlich Massefärbung und Druckfärbung) dieser Materialien bzw. Verfahren zum Färben solcher Materialien

- 5 in an und für sich üblicher Verfahrensweise, bei welchen eine Verbindung der allgemeinen Formel (1) als Farbmittel eingesetzt wird. Bevorzugt kommen die Materialien in Form von Fasermaterialien zur Anwendung, insbesondere in Form von Textilfasern.

10 Hydroxygruppenhaltige Materialien sind natürliche oder synthetische hydroxygruppenhaltige Materialien, wie beispielsweise Cellulosefasermaterialien oder deren Regeneratprodukte oder Polyvinylalkohole. Cellulosefasermaterialien

- 15 sind vorzugsweise Baumwolle, aber auch andere Pflanzenfasern, wie Leinen, Hanf, Jute und Ramiefasern, regenerierte Cellulosefasern sind beispielsweise Zellwolle und Viskosekunstseide.

20 Carbonamidgruppenhaltige Materialien sind beispielsweise synthetische und natürliche Polyamide und Polyurethane, insbesondere in Form der Fasern, beispielsweise Wolle und andere Tierhaare, Seide, Leder, Polyamid-6,6, Polyamid-6, Polyamid-11 und Polyamid-4.

- 25 Die erfindungsgemäßen Farbstoffe lassen sich auf den genannten Substraten nach den für Reaktivfarbstoffe bekannten Anwendungstechniken applizieren. So erhält man mit ihnen auf Cellulosefasern nach dem Ausziehverfahren aus langer Flotte[#] unter Verwendung der verschiedensten Alkalizusätze
30 sehr gute Farbausbeuten. [#] zum Beispiel

Nach den Klotzverfahren werden auf Cellulosefasern ebenfalls ausgezeichnete Farbausbeuten erhalten, wobei durch Verweilen bei Raumtemperatur, durch Dämpfen oder mit

- 35 Trockenhitze fixiert werden kann.

- Nach den üblichen Druckverfahren für Cellulosefasern, einphasig in Anwesenheit von Natriumbicarbonat oder anderer säurebindender Mittel in der Druckpaste und anschließendem Dämpfen bei 101 - 103°C oder zweiphasig mit neutraler oder
5 schwach saurer Druckpaste gedruckt und dann entweder durch ein heißes elektrolythaltiges alkalisches Bad geführt oder aber mit einer alkalischen elektrolythaltigen Klotzflotte überklotzt und dann durch Verweilen, Dämpfen oder Trockenhitze entwickelt, erhält man ebenfalls farbstarke Drucke
10 mit gutem Stand der Konturen und einem klaren Weißfond. Der Ausfall der Drucke ist von wechselnden Fixierbedingungen nur wenig abhängig. Sowohl in der Färberei als auch in der Druckerei sind die mit den erfindungsgemäßen Farbstoffen erhaltenen Fixiergrade außergewöhnlich hoch.
- 15 Die Echtheiten der auf Cellulosefasern mit Hilfe der erfindungsgemäßen Farbstoffe erhaltenen Färbungen und Drucke sind beachtlich. Dies gilt sowohl für die wichtigsten Fabrikations- als auch für die wichtigsten Gebrauchsechtheiten. Besonders zu erwähnen sind die Lichtechtheit, die Naßechtheiten, wie Waschechtheiten, Walkechtheiten, Wasser-echtheit, Seewasserechtheit, Überfärberechtheit, Schweiß-echtheit, sowie Plissierechtheit, Bügelechtheit und Reib-echtheit.
- 20 25 Die Färbungen auf Polyamidfasern werden üblicherweise aus
saurem Milieu ausgeführt. So kann man beispielsweise dem
Färbebad Essigsäure oder Essigsäure und Ammoniumacetat
zufügen, um den gewünschten pH-Wert zu erhalten. Zwecks
Erreichung einer brauchbaren Egalität der Färbungen empfiehlt
sich ein Zusatz an üblichen Egalisiermitteln, beispielsweise auf Basis eines Umsetzungsproduktes von Cyanurchlorid mit der dreifach molaren Menge einer Aminobenzol- und/oder einer Aminonaphthalinsulfonsäure und/oder auf
35 Basis eines Umsetzungsproduktes von beispielsweise Stearyl-

amin mit Äthylenoxyd. Die Färbungen können sowohl bei Siedetemperatur als auch bei 110 - 120°C ausgeführt werden.

- Die nachstehenden Beispiele dienen zur Erläuterung der
5 Erfindung. Die darin genannten Teile sind Gewichtsteile,
die Prozentangaben stellen Gewichtsprozente dar, sofern
nicht anders vermerkt. Gewichtsteile beziehen sich zu
Volumenteilen wie Kilogramm zu Liter.

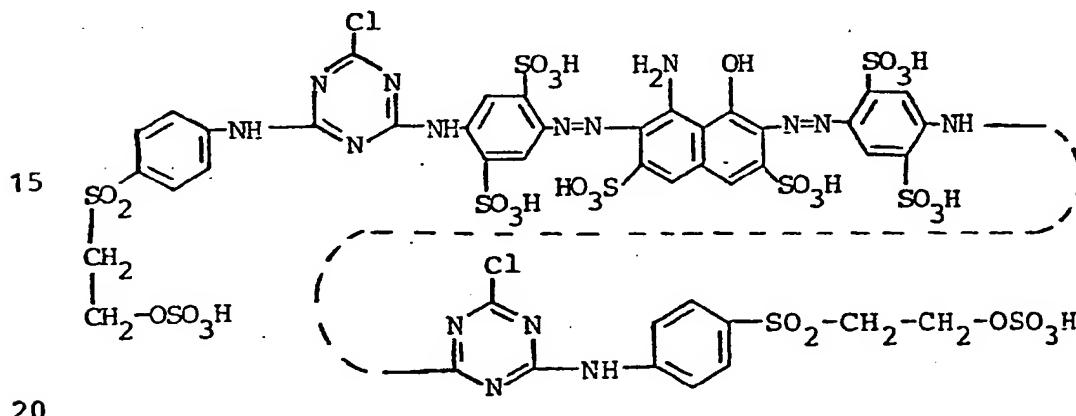
Beispiel 1

Eine neutrale Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon in 150 Teilen Wasser wird unter Rühren in eine Suspension gegossen, die durch Einröhren einer Lösung von
5 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis erhalten wird. Das Reaktionsgemisch wird bei 0 bis 5°C und bei einem pH-Wert von 3 bis 4 eine Stunde lang gerührt, wobei zur Einhaltung des pH-Wertes portionsweise 8,4 Teile
10 Natriumbicarbonat zugegeben werden. Anschließend wird zu der erhaltenen Suspension des primären Kondensationsproduktes eine neutrale Lösung von 26,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure in 200 Teilen Wasser gegeben; dieses Reaktionsgemisch wird bei 25 bis 28°C und bei einem
15 pH-Wert von 6,5 bis 7,2 etwa 18 Stunden lang gerührt, wobei der pH-Wert durch portionsweise Zugabe von Natriumbicarbonat in dem angegebenen Bereich gehalten wird. Das gebildete sekundäre Reaktionsprodukt bildet eine klare Lösung. – In diese Lösung werden 250 Teile Eis und anschließend
20 60 Volumenteile einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure gegeben; die anschließende Diazotierung erfolgt durch Zutropfen von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung bei einer Temperatur von 0 bis 5°C. Die erhaltene Diazoniumsalzlösung wird sodann bei einem pH-Wert von 2,5 bis 3,0 und
25 einer Temperatur von 0 bis 10°C in eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 1500 Teilen Wasser eingetroppft, wobei der pH durch portionsweise Zugabe von 63 Teilen kristallisiertem Natriumacetat bei diesem Wert von 2,5 bis 3,0 gehalten wird. Nach beendeter
30 Kupplung wird die gebildete Monoazoverbindung mittels Kaliumchlorid ausgefällt und abgesaugt.

Der feuchte Filterkuchen dieser Monoazoverbindung wird in 500 Teilen Wasser gelöst. Ein weiterer Ansatz des wie oben beschriebenen diazotierten sekundären Kondensationsproduktes aus Cyanurchlorid und Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon sowie 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure werden in diese wäßrige Lösung der Monoazoverbindung eingetroppft, wobei die Tempe-

ratur bei 10 bis 18°C und der pH-Wert bei 6,0 bis 6,5 gehalten werden. *) 4 Stunden unter Rühren weitergeführt. Die Lösung wird anschließend geklärt und die gebildete Disazoverbindung durch Zugabe von Natriumchlorid ausgesalzen, die sodann abgesaugt, bei 40 bis 50°C getrocknet und gemahlen wird. *) Die Kupplungsreaktion wird noch

Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges (vorwiegend Natriumchlorid) Pulver erhalten, das das Alkalimetallsalz, 10 vorwiegend Natriumsalz, der Verbindung der Formel

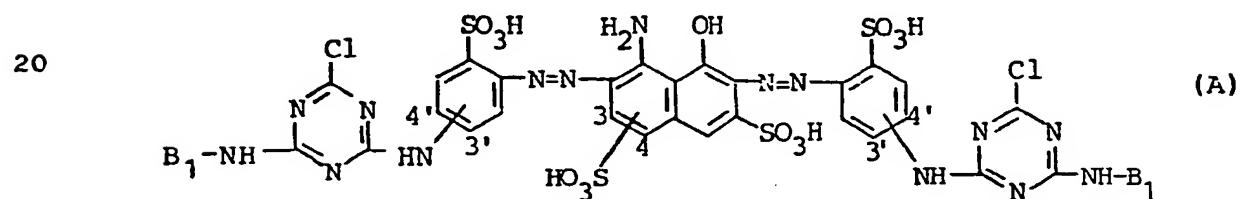


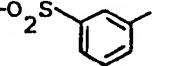
enthält. Diese zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und färbt nach den für Reaktivfarbstoffe üblichen Färbe- und Druckmethoden und Fixierverfahren Cellulosefasermaterialien, wie Baumwolle, in grünstichig schwarzen Farbtönen; diese 25 Färbungen und Drucke zeigen sehr gute Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie insbesondere eine sehr gute Wasch-, Schweiß-, Reib-, Wasser-, Säure- und Alkaliechtheit. Bei Druckverfahren auf Cellulosefasern ist die Dampfbeständigkeit und das gute Verhalten beim Auswaschen neben dem hohen Fixier- 30 grad und gleichem Ausfall der nach verschiedenen Verfahren *)

Beispiele 2 bis 42

Verfährt man in einer der erfundungsgemäßen Verfahrensweisen zur Herstellung der erfundungsgemäßen Verbindungen 35 entsprechend der allgemeinen Formel (1), so beispielsweise analog der im Beispiel 1 angegebenen Verfahrensweise, und setzt hierzu als Ausgangsverbindungen in entsprechender *) fixierten Drucke besonders zu erwähnen.

Weise 1,3- oder 1,4-Diaminobenzol-2-sulfonsäure, Cyanurchlorid und ein Anilin- oder Naphthylaminlderivat mit einer β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe, welche aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (A) ersichtlich sind, als Kondensationskomponenten sowie 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure als Kupp lungskomponenten ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen angegebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und ebenfalls auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasermaterialien, insbesondere jedoch auf natürlichen und regenerierten Cellulosefasermaterialien, wie insbesondere Baumwolle, insbesondere nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Färbe- und Druckmethoden und Fixierweisen, farbstarke Färbungen und Drucke mit sehr guten Echtheitseigenschaften und den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.



25	Bsp.	B_1		Stell. der NH-Gruppe	Stell. der SO_3^{H} -Gruppe	Nuance auf Baumwolle
	2			4'	3	grünst. Schwarz
30	3	dito.		3'	3	Blauschwarz
	4	dito		4'	4	Schwarz
	5	dito		3'	4	Marineblau
35	6			4'	4	Marineblau
	7	dito		3'	4	rotst. Marine

0048355

- 18 -

Bsp.	B ₁		Stell. der NH-Gruppe	Stell. der SO ₃ H-Gruppe	Nuance auf Baumwolle
8			4'	3	Dunkelgrau
5	9 dito		3'	3	Blauschwarz
	10 dito		4'	4	Dunkelblau
0	11 dito		3'	4	rotst. Marine
	12		4'	3	Dunkelblau
5	13 dito		3'	3	Dunkelblau
	14 dito		4'	4	Marineblau
10	15 dito		3'	4	rotst. Marine
	16		4'	3	Dunkelgrau
25	17 dito		3'	3	Marineblau
	18		3'	3	Schwarz
30	19 dito		4'	3	Schwarz
	20 dito		3'	4	Schwarz
	21		4'	3	grünst. Marine
	22 dito		3'	3	rotst. Marine
35	23		4'	3	grünst. Schwarz
	24 dito		3'	3	Blauschwarz
	25 dito		4'	4	grünst. Marine
	26 dito		3'	4	schwarz

Esp.		B ₁	Stell. der NH-Gruppe	Stell. der SO ₃ H-Gruppe	Nuance auf Baumwolle
5	27		3'	3	grünst. Schwarz
	28	dito	4'	3	Blauschwarz
10	29	dito	3'	4	Marineblau
	30	dito	4'	4	Marineblau
15	31		3'	3	Dunkelblau
	32	dito	4'	3	Dunkelblau
	33	dito	3'	4	Marineblau
	34	dito	4'	4	Schwarz
20	35		3'	3	Marineblau
25	36	dito	4'	3	Schwarz
	37	dito	3'	4	Dunkelblau
	38	dito	4'	4	Schwarz
30	39		3'	3	Dunkelblau
	40	dito	4'	3	grünst. Schwarz
35	41	dito	3'	4	Marineblau
	42	dito	4'	4	rotst. Marine

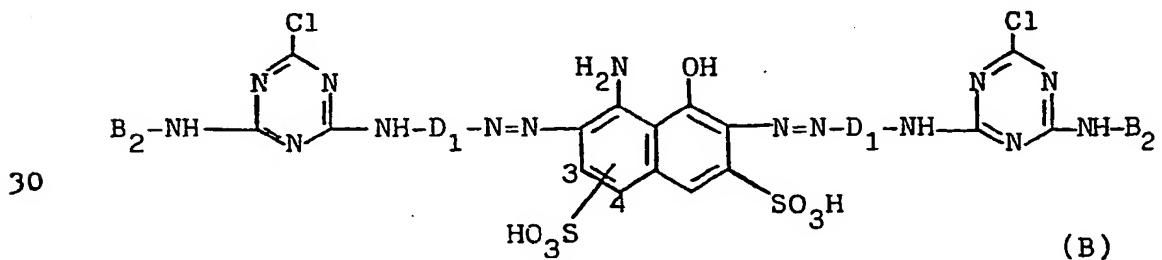
Beispiele 43 bis 229

Verfährt man in einer der erfindungsgemäßen Verfahrens-

weisen zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (1), so beispielsweise

- 5 analog der im Beispiel 1 angegebenen Verfahrensweise, und setzt hierzu als Ausgangsverbindungen in entsprechender Weise 1,3- oder 1,4-Diaminobenzol-Derivate oder 1,5- oder 2,6-Diamino-naphthalin-Derivate, Cyanurchlorid und ein Anilin- oder Naphthylaminderivat mit einer β -Sulfatoäthyl-
 10 sulfonylgruppe, welche aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (B) ersichtlich sind, als Kondensationskomponenten sowie 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure als Kupplungskomponenten ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen
 15 angegebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und ebenfalls auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasermaterialien, insbesondere jedoch auf natürlichen und regenerierten Cellulosefasermaterialien, wie insbesondere Baumwolle, ins-
 20 besondere nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Färbe- und Druckmethoden und Fixierweisen, farbstarke Fär- bungen und Drucke mit sehr guten Echtheitseigenschaften und den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.

25



Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
43	4''-(β -Sulfatoäthyl-sulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
5	44 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
	45 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
	46 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
10	47 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	48 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
	49 dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
15	50 dito	m-Phenylen	3	schwarz
	51 dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
	52 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
20	53 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
	54 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
	55 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
25	56 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	57 dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	58 dito	m-Phenylen	4	schwarz
30	59 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
	60 3''-(β -Sulfatoäthyl-sulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
	61 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
35	62 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
	63 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
	64 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
40	65 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
66	3''-(β -Sulfatoäthyl-sulfonyl)-phenyl	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
5	67 dito	m-Phenylen	3	schwarz
68	dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
69	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
0	70 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
71	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
72	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
5	73 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
74	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
1	75 dito	m-Phenylen	4	schwarz
0	76 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
77	2"-Methoxy-5"-methyl-4"-(β -sulfatoäthyl-sulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
78	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
79	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
80	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
81	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
82	dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
83	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
84	dito	m-Phenylen	3	schwarz
85	dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
35	86 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
87	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
40	88 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5	89 2"-Methoxy-5"-methyl-4"-(β-sulfatoäthylsulfonyl)-phenyl	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
	90 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	91 dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
10	92 dito	m-Phenylen	4	schwarz
	93 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
	94 2",5"-Dimethoxy-4"-(β-sulfatoäthylsulfonyl)phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
15	95 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
	96 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
	97 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
20	98 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	99 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
	100 dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
25	101 dito	m-Phenylen	3	schwarz
	102 dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
	103 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
30	104 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
	105 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
	106 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
35	107 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	108 dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	109 dito	m-Phenylen	4	schwarz
40	110 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz

Stellg.
von
 $\text{HO}_3\text{S}-$ Farbton auf
Baumwolle

Bsp.	B_2	D_1	
111	4"- N-methyl-N-(β -sulfatoäthylsulfonyl) -phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3 marineblau
5 112	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3 marineblau
113	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3 schwarz
10 114	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3 schwarz
115	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3 marineblau
116	dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3 marineblau
117	dito	p-Phenylen	3 grünstichig schwarz
15 118	dito	m-Phenylen	3 schwarz
119	dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4 marineblau
120	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4 marineblau
20 121	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4 schwarz
122	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4 schwarz
123	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4 marineblau
25 124	dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4 marineblau
125	dito	p-Phenylen	4 grünstichig schwarz
126	dito	m-Phenylen	4 schwarz
30 127	dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4 grünstichig schwarz
128	3"- (β -Sulfatoäthylsulfonyl-methyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3 marineblau
35 129	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3 marineblau
130	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3 schwarz
131	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3 schwarz
40 132	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3 marineblau

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5	133 3"-(β -Sulfatoäthyl-sulfonyl-methyl)-phenyl 134 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen p-Phenylen	3 3	marineblau grünstichig schwarz
10	135 dito 136 dito 137 dito 138 dito	m-Phenylen 4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen 5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen 4'-Methyl-1',3'-phenylen	3 4 4 4	schwarz marineblau marineblau
15	139 dito 140 dito 141 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen 4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen 3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4 4 4	schwarz marineblau marineblau
20	142 dito 143 dito 144 dito	p-Phenylen m-Phenylen 2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4 4 4	grünstichig schwarz schwarz grünstichig schwarz
25	145 6"-Methyl-3"-(β -sulfatoäthylsulfonyl)-phenyl 146 dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen 5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3 3	marineblau marineblau
30	147 dito 148 dito 149 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen 4'-Methoxy-1',3'-phenylen 4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3 3 3	schwarz schwarz marineblau
35	150 dito 151 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen p-Phenylen	3 3	marineblau grünstichig schwarz
40	152 dito 153 dito 154 dito	m-Phenylen 4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen 5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3 4 4	schwarz marineblau marineblau

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5	155 6"-Methyl-3"-(β-sulfatoäthylsulfonyl)-phenyl	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
	156 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
	157 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
10	158 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	159 dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
15	160 dito	m-Phenylen	4	schwarz
	161 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
	162 4",6"-Dimethoxy-3"-(β-sulfatoäthylsulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
20	163 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
	164 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
	165 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
25	166 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	167 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
	168 dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
30	169 dito	m-Phenylen	3	schwarz
	170 dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
	171 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
35	172 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
	173 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
	174 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
	175 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbtön auf Baumwolle
5	176 4",6"-Dimethoxy-3"-(β -sulfatoäthylsulfonyl)-phenyl	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	177 dito	m-Phenylen	4	schwarz
	178 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
10	179 4"-Methoxy-3"-(β -sulfatoäthylsulfonyl)-phenyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
	180 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
	181 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
15	182 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
	183 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	184 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
20	185 dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
	186 dito	m-Phenylen	3	schwarz
	187 dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
25	188 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
	189 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
	190 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
30	191 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
	192 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	193 dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
35	194 dito	m-Phenylen	4	schwarz
	195 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
196	1"-Sulfo-6"-(β-sulfa-toäthylsulfonyl)-2"-naphthyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
5 197	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
198	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
199	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz
0 200	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
201	dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
202	dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
15 203	dito	m-Phenylen	3	schwarz
204	dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
205	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
206	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
207	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
208	dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
209	dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
210	dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
211	dito	m-Phenylen	4	schwarz
30 212	dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz
213	6"-Sulfo-8"-(β-sulfa-toäthylsulfonyl)-2"-naphthyl	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	3	marineblau
214	dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	3	marineblau
35 215	dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	3	schwarz
216	dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	3	schwarz

Bsp.	B ₂	D ₁	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5	217 6"-Sulfo-8"-(β -sulfa-toäthylsulfonyl)-2"-naphthyl	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	3	marineblau
	218 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	3	marineblau
	219 dito	p-Phenylen	3	grünstichig schwarz
10	220 dito	m-Phenylen	3	schwarz
	221 dito	4',6'-Disulfo-1',3'-phenylen	4	marineblau
	222 dito	5'-Sulfo-2'-methyl-1',3'-phenylen	4	marineblau
15	223 dito	4'-Methyl-1',3'-phenylen	4	schwarz
	224 dito	4'-Methoxy-1',3'-phenylen	4	schwarz
	225 dito	4',8'-Disulfo-2',6'-naphthylen	4	marineblau
20	226 dito	3',7'-Disulfo-1',5'-naphthylen	4	marineblau
	227 dito	p-Phenylen	4	grünstichig schwarz
	228 dito	m-Phenylen	4	schwarz
	229 dito	2',5'-Disulfo-1',4'-phenylen	4	grünstichig schwarz

Beispiel 230

Eine neutrale Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4- β -sulfato-

äthylsulfon in 100 Teilen Wasser wird unter Röhren in eine

Suspension gegossen, die durch Einröhren einer Lösung von

- 5 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis erhalten wird. Dieses Reaktionsgemisch wird bei einer Temperatur von 0 bis 5°C und einem pH-Wert von 3 bis 4 eine Stunde lang gerührt, wobei der pH-Wert mittels etwa 8,4 Teilen Natriumbicarbonat gehalten wird. Anschließend wird zu der erhaltenen Suspension des primären Kondensationsproduktes eine neutrale Lösung von 26,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure in 200 Teilen Wasser gegeben; dieser Reaktionsansatz wird bei 25 bis 28°C und bei einem pH-Wert von 15 6,5 bis 7,2 etwa 18 Stunden lang gerührt. Das gebildete sekundäre Reaktionsprodukt ist in der erhaltenen Lösung klar gelöst; zu dieser Lösung gibt man 250 Teile Eis und 60 Volumenteile einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure und diazotiert sodann bei einer Temperatur von 0 bis 5°C durch 20 tropfenweise Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung. Die erhaltene Diazoniumsalzlösung wird bei einer Temperatur zwischen 0 und 10°C und bei einem pH-Wert von 2,5 bis 3,0 in eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 1500 Teilen Wasser 25 eingetroppt, wobei der pH-Wert durch portionsweises Eintragen von 63 Teilen kristallisiertem Natriumacetat gehalten wird. Nach beendeter Kupplung wird die gebildete Monoazoverbindung mittels Kaliumchlorid ausgefällt und abgesaugt.
- 30 Der feuchte Filterkuchen der Monoazoverbindung wird in 500 Teilen Wasser gelöst und diese Lösung mit einer Diazoiumsalzlösung versetzt, die wie nachfolgend angegeben hergestellt wird: Eine Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton wird unter Röhren in ein
- 35 Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis einfließen lassen. Zu dieser Suspension gibt man eine neutrale Lösung von 34,1 Teilen 2,5-Dimethoxyanilin-4- β -sulfatoäthylsulfon in einem Gemisch aus 140 Teilen Wasser und 60 Teilen Eis;

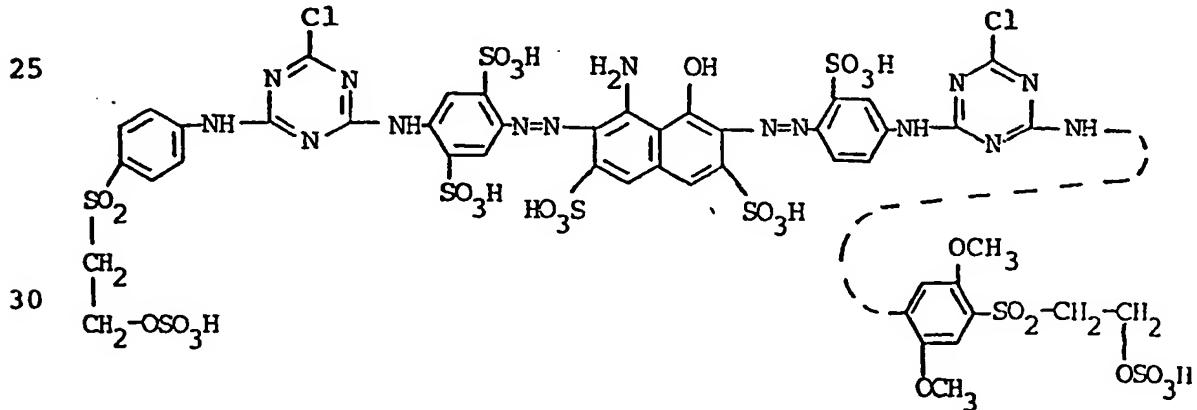
die Kondensationsreaktion wird bei einem pH-Wert von 3,0 bis 4,5 durchgeführt, welcher mittels Natriumbicarbonat eingehalten wird. Nach einstündigem Rühren gibt man eine neutrale Lösung von 18,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2-sulfonsäure in 200 Teilen Wasser zu dem so hergestellten primären Kondensationsprodukt und führt die zweite Kondensationsreaktion während 10 Stunden bei einem pH-Wert von 6,2 bis 6,8 und einer Temperatur von 28 bis 30°C durch. Die erhaltene Lösung des sekundären Kondensationsproduktes wird anschlie-

5 Bend mit 40 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure versetzt, auf 0 bis 5°C gekühlt und mittels 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung diazotiert. Diese Diazoniumsalzlösung wird mit Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,5 bis 5,8 gestellt und, wie oben erwähnt,

10 15 zu der Lösung der Monoazoverbindung gegeben.

Diese zweite Kupplungsreaktion führt man bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 und bei einer Temperatur von 23 bis 25°C durch. Die gebildete Disazoverbindung wird mittels Kaliumchlorid ausgefällt, abgesaugt, getrocknet und gemahlen.

20 Man erhält ein schwarzes, elektrolythaltiges (vorwiegend Kaliumchlorid) Pulver, das das Alkalimetallsalz, vorwiegend Kaliumsalz, der Verbindung der Formel



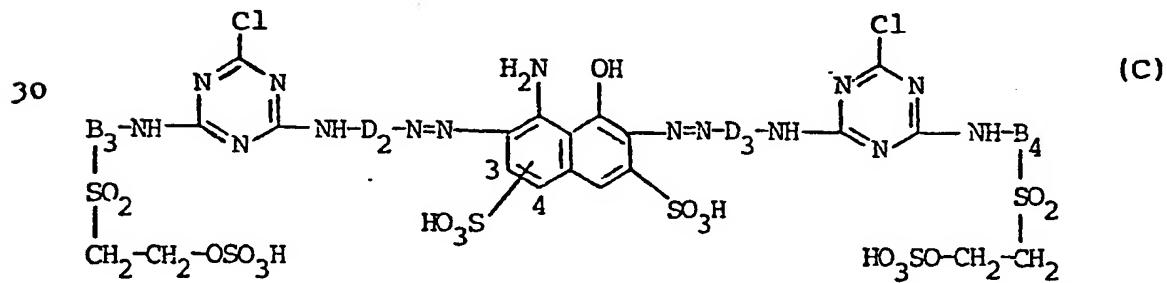
enthält. Diese Verbindung besitzt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den für faserreaktive Farbstoffe

35 üblichen Applikations- und Fixierverfahren auf Cellulose-

fasermaterialien Färbungen und Drucke mit grünstichig schwarzer Nuance von sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie insbesondere die sehr gute Waschechtheit, Schweiß-, Wasser-, Meerwasser-, Säure- und Alkaliechtheit,
5 weiterhin sehr gute Reib- und Plissierechtheiten.

Beispiele 231 bis 237

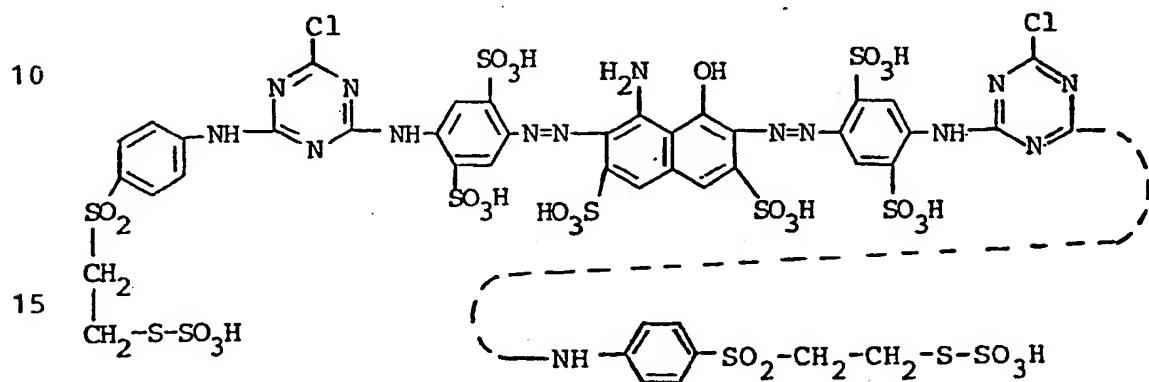
Verfährt man in erfindungsgemäßer Verfahrensweise zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (1) analog den Angaben des Beispiels 230, setzt jedoch anstelle der dort angegebenen Reaktionskomponenten die aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (C) ersichtlichen Ausgangskomponenten (Anilinderivate mit der β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe, Cyanurchlorid und einer Diaminobenzol-mono- oder -disulfinsäure für die beiden sekundären Kondensationsprodukte, die als Diazokomponente dienen, sowie die 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfinsäure als Kupplungskomponente) ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen unter Bezugnahme auf die allgemeine Formel (C) genannten erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe Färbungen und Drucke mit guten Echtheiten in den in den Tabellenbeispielen angegebenen Farbtönen liefern.



Bsp.	B ₃	B ₄	D ₂	D ₃	stellig. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
231					3	grünstichig schwarz
232					3	marineblau
233					3	marineblau
234					4	dunkelblau
235					4	dunkelblau
236						
237						

Beispiel 238

Man verfährt in der im Beispiel 1 angegebenen Verfahrensweise, ersetzt jedoch das Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon jeweils durch die äquivalente Menge (29,7 Teile) Anilin-4- β -thiosulfatoäthylsulfon. Es wird ein elektrolythaltiges Farbstoffpulver erhalten, das das Alkalimetallsalz der Verbindung der Formel

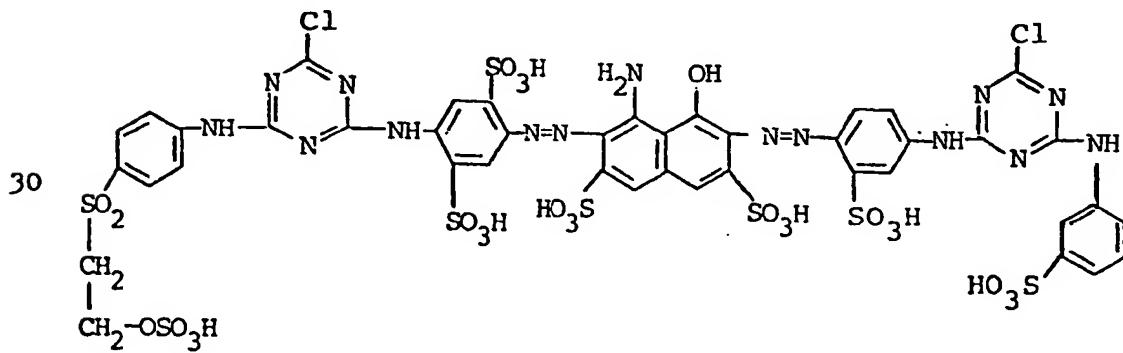


enthält. Diese Disazoverbindung stellt ebenfalls einen sehr guten Farbstoff dar, der im Vergleich zu dem Farbstoff des Beispiele 1 ähnlich gute coloristische Eigenschaften und Echtheiten aufweist. Er lässt sich auf natürlichen und synthetischen Polyamidfasermaterialien, insbesondere jedoch auf natürlichen und regenerierten Cellulosefasermaterialien, wie vorzugsweise Baumwolle, nach den insbesondere für faserreaktive Farbstoffe üblichen Applikations- und Fixiermethoden anwenden.

Beispiel 239

Man stellt gemäß den Angaben des Beispiele 1 die Monoazo-
30 verbindung her und löst sie in 500 Teilen Wasser. Die zweite Kupplungsreaktion wird mit einer anderen Diazonium-verbindung durchgeführt, die wie folgt hergestellt wird: Eine Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumen-teilen Aceton wird in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser
35 und 100 Teilen Eis eingerührt. Zu dieser Suspension gibt man

- eine Lösung aus 17,3 Teilen Anilin-3-sulfonsäure in 100 Teilen Wasser und 50 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natronlauge; die Kondensationsreaktion wird bei 0°C und bei einem pH-Wert von 3 bis 4 durchgeführt, wobei dieser pH mittels
- 5 Natriumbicarbonat gehalten wird. Nach einer Stunde gibt man eine neutrale Lösung von 18,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2-sulfonsäure in 200 Teilen Wasser hinzu und lässt die zweite Kondensationsreaktion bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 und einer Temperatur von 25 bis 28°C unter mehrstündigem
- 10 Röhren ablaufen. Nach beendeter Kondensation wird die Lösung geklärt, mit 35 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure angesäuert, mit 500 Teilen Eis versetzt und durch langsame Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung diazotiert. Wie üblich, wird danach
- 15 überschüssige salpetrige Säure mit etwas Amidosulfonsäure zerstört. Die Diazoniumsalzsuspension wird sodann mit 17,8 Teilen Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,5 bis 6,5 eingestellt und, wie oben erwähnt, mit der Lösung der Monoazoverbindung bei einem
- 20 pH-Wert von 5,5 bis 6,5 gekuppelt. Die gebildete Disazoverbindung wird mit Kaliumchlorid ausgesalzen, abgesaugt und getrocknet. Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges (vorwiegend Kaliumchlorid) Farbstoffpulver erhalten, das zu etwa 40 bis 45 % das Alkalimetallsalz, vorwiegend
- 25 Kaliumsalz der Verbindung der Formel

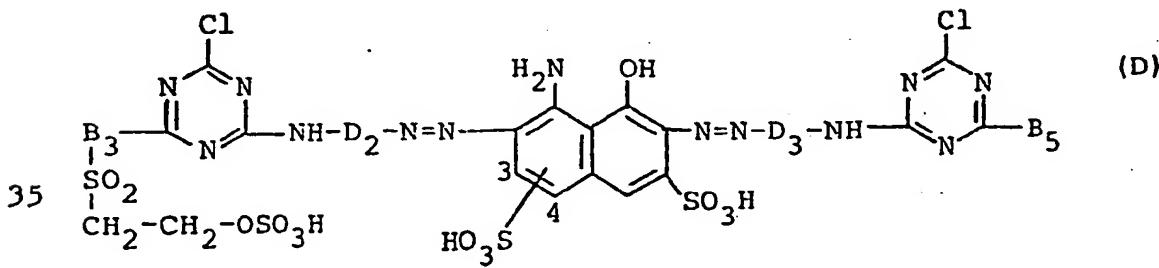


enthält. Diese Verbindung zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Applikations- und Fixiermethoden auf Cellulosefasermaterialien, wie Baumwolle, grünstichig schwarze Färbungen und Drucke mit sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten, wie beispielsweise die sehr gute Waschechtheit, Schweiß-, Reib-, Säure- und Alkaliechtheit.

10

Beispiele 240 bis 255

Verfährt man in erfindungsgemäßer Verfahrensweise zur Herstellung der erfindungsgemäßen Verbindungen der allgemeinen Formel (1) analog den Angaben des Beispiels 239, setzt 15 jedoch anstelle der dort angegebenen Reaktionskomponenten die aus den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit den allgemeinen Formeln (D) und (E) ersichtlichen Ausgangskomponenten (Anilinderivate, die eine β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe besitzen oder von dieser frei sind, Cyanurchlorid 20 und eine Diaminobenzol-Verbindung für die beiden sekundären Kondensationsprodukte, die als Diazokomponente dienen, sowie die 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure als Kupplungskomponente) ein, so erhält man die in diesen Tabellenbeispielen unter Bezugnahme auf die allgemeinen 25 Formeln (D) und (E) genannten erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe Färbungen und Drucke mit guten Echtheiten in den in den Tabellenbeispielen 30 angegebenen Farbtönen liefern.

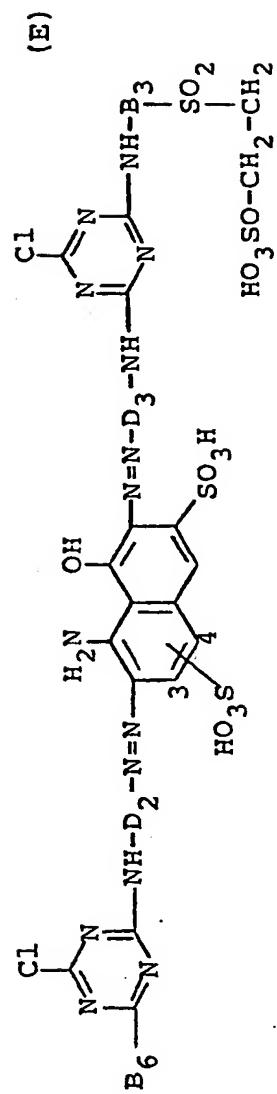


0048355

- 37 -

Bsp.	B ₃	D ₂	D ₃	B ₅	Stellig. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
						grünstichig schwarz
240					-NH- 	grünstichig schwarz
241			dito		-N-CH ₂ -CH ₂ CH ₃ SO ₃ H	grünstichig marineblau
242			dito		-NH ₂	schwarz
243					-N(C ₂ H ₅) ₂	rotstichig marineblau
244					-N-CH ₂ -CH ₂ CH ₃ OH	dunkelblau
245					-HN-CH ₂ -CH ₂ COOH	marineblau

Bsp.	B ₃	D ₂	D ₃	B ₅	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
247					3	schwarz



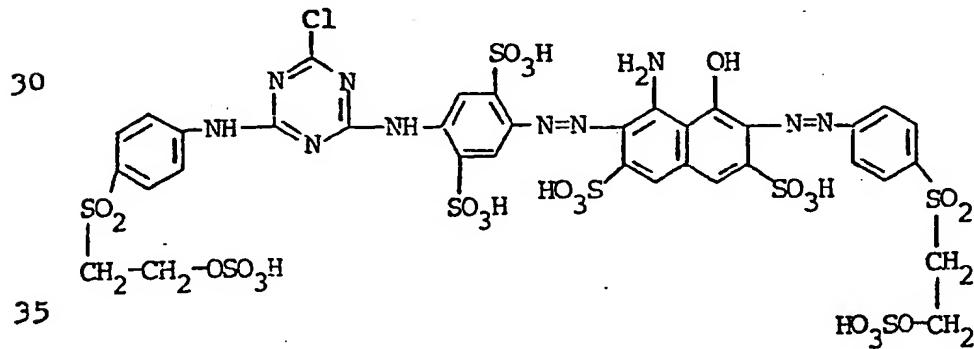
Bsp.	B ₆	D ₂	D ₃	B ₃	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
248	CH ₂ -CH ₂ -NH-COOH				3	grünstichig marineblau
249					3	schwarz

Bsp.	B ₆	D ₂	D ₃	B ₃	Stellig.: von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle	
						3	3
250	<chem>Nc1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>		marineblau	
251	<chem>Nc1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>		marineblau	
252	<chem>Nc1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>		grünstichig marineblau	
253	<chem>CC(C)(S(=O)(=O)O)N</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>		grünstichig marineblau	
254	<chem>CC(O)C(S(=O)(=O)O)N</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>		dunkelblau	
255	<chem>Nc1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>	<chem>c1ccccc1S(=O)(=O)O</chem>		schwarz	

Beispiel 256

Gemäß den Angaben des Beispieles 1 wird die Monoazoverbindung hergestellt und in 500 Teilen Wasser gelöst. Die zweite Kupplungsreaktion erfolgt mit einem Diazoniumsalz, das wie 5 nachstehend beschrieben hergestellt wird: 28,1 Teile Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon werden in einem Gemisch aus 100 Teilen Wasser und 50 Teilen Eis suspendiert und durch Zugabe von 7,3 Teilen Natriumcarbonat neutral gelöst. Sodann fügt man 20,3 Volumenteile einer wäßrigen 5n-Natrium-10 nitritlösung hinzu und läßt dieses Gemisch auf eine Mischung aus 26 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure und 150 Teilen Eis laufen. Die erhaltene Suspension wird noch eine Stunde weitergerührt, sodann überschüssige salpetrige Säure mit Amidosulfonsäure zerstört und 15 das Reaktionsprodukt mit 7 Teilen Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,7 bis 6,2 gestellt. - Die Lösung der Monoazoverbindung wird, wie oben erwähnt, zu der so hergestellten Diazoniumsalzsuspension gegeben, wobei der pH-Wert durch portionsweise Zugabe von 16,3 Teile 20n Natriumbicarbonat auf 5,7 bis 6,2 gehalten wird. Nach mehrstündigem Rühren ist die Kupplung beendet und die gebildete Disazoverbindung wird mit Kaliumchlorid ausgesalzen, abgesaugt und getrocknet.

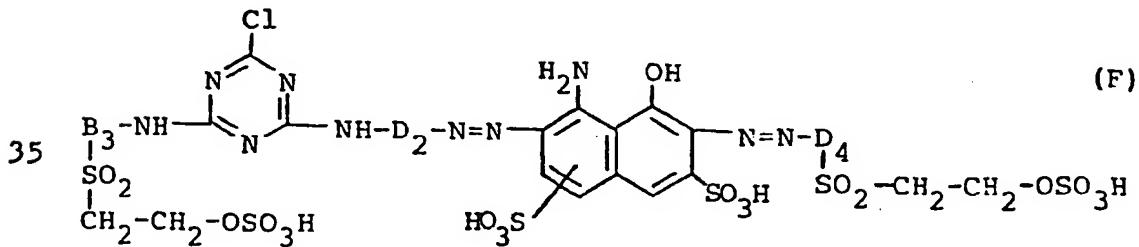
25 Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges Pulver erhalten, das zu etwa 45 % das Alkalimetallsalz, vorwiegend Kaliumsalz, der Verbindung der Formel



enthält. Diese zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Applikations- und Fixiermethoden auf Cellulosefasermaterialien kräftige schwarze Färbungen von sehr guten Gebrauchs- 5 und Fabrikationsechtheiten, wie insbesondere die sehr gute Wasch-, Meerwasser- und Schweißechtheit. Daneben weist der Farbstoff einen sehr hohen Fixiergrad und eine gute Auswaschbarkeit der nicht fixierten Anteile auf.

10 Beispiele 257 bis 265

Man verfährt in erfindungsgemäßer Weise analog der in Beispiel 256 beschriebenen Verfahrensweise zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Disazoverbindung, setzt jedoch anstelle der dort angegebenen Reaktionskomponenten die aus 15 den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (F) ersichtlichen Reaktionskomponenten (Anilinverbindung mit einer β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe, Cyanurchlorid und eine Diaminobenzolverbindung zur Her- 20 stellung des als Diazokomponente dienenden Kondensations- produktes, 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure und eine Anilinverbindung mit einer β -Sulfatoäthylsulfonyl- 25 gruppe als zweite Diazokomponente) ein, so erhält man die in den Tabellenbeispielen unter Bezugnahme auf die Formel (F) angegebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, die ebenfalls sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und 30 nach den für faserreaktive Farbstoffe üblichen Applikations- und Fixiermethoden auf bevorzugt Cellulosefasermaterialien farbkräftige Färbungen und Drucke mit den in den Beispielen angegebenen Nuancen liefern. Auch diese Färbungen und Drucke zeichnen sich durch gute Echtheiten aus.



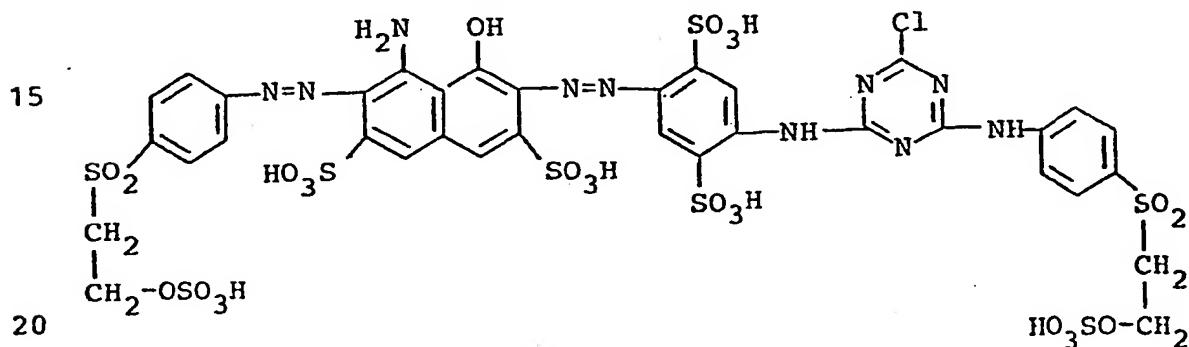
Bsp.	B ₃	D ₂	D ₄	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5 257				3	schwarz
5 258		dito		3	schwarz
10 259		dito		3	schwarz
15 260				3	schwarz
15 261				3	grünstichig marineblau
20 262		dito		3	marineblau
25 263				4	rotstichig schwarz
30 264				3	schwarz
35 265				3	schwarz

Beispiel 266

- Ein Gemisch aus einer neutralen Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon in 150 Teilen Wasser und 20,3 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung
- 5 wird bei 0 bis 5°C unter Rühren in ein Gemisch aus 26 Volumenteilen einer 31 %igen wäßrigen Salzsäure und 150 Teilen Eis einlaufen lassen. Die entstehende Suspension wird noch eine Stunde gerührt und überschüssige salpetrige Säure mit Amidosulfonsäure zerstört. Sodann wird zur Kupplungsreaktion
- 10 eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 500 Teilen Wasser, die mit Salzsäure auf einen pH-Wert von 4 gestellt ist, versetzt. Der pH-Wert der Kupplung wird mit Natriumacetat bei 3 bis 3,5 gehalten. Nachdem die erste Kupplungsreaktion beendet ist, wird die gebildete Monoazoverbindung mit einer Diazoniumsalzlösung in der zweiten Kupplungsreaktion umgesetzt. Diese Diazoniumsalzlösung wird wie folgt hergestellt:
- Eine neutrale Lösung von 28,1 Teilen Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon in 100 Teilen Wasser wird zu einer Suspension gegossen, die durch Einröhren einer Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 200 Teilen Eis erhalten wird. Die Kondensationsreaktion wird bei 0 bis 5°C und einem pH-Wert von 3 bis 4 eine Stunde unter Rühren weitergeführt, wobei
- 25 der pH-Wert durch portionsweise Zugabe von Natriumbicarbonat (etwa 8,4 Teile) gehalten wird. Die so hergestellte Suspension des primären Kondensationsproduktes wird anschließend mit einer neutralen Lösung von 26,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2,5-disulfonsäure in 200 Teilen Wasser versetzt und bei
- 30 25 bis 28°C und einem pH-Wert von 6,5 bis 7,2 etwa 18 Stunden lang gerührt. Zu der so erhaltenen klaren Lösung des sekundären Kondensationsproduktes werden 250 Teile Eis und danach 60 Teile einer wäßrigen 31 %igen Salzsäure gegeben, und das Kondensationsprodukt wird bei 0 bis 5°C durch langsame Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natrium-

nitritlösung diazotiert.

- Diese Diazoniumsalzlösung wird mit Natriumbicarbonat auf einen pH-Wert von 5,5 bis 6 gestellt und, wie oben erwähnt,
5 mit der Monoazoverbindung gekuppelt, wobei die Kupplungsreaktion bei einem pH-Wert von 5,8 bis 6,2 durchgeführt wird. Nach mehrstündigem Röhren wird die gebildete Disazoverbindung mit Kaliumchlorid ausgefällt, abgesaugt und getrocknet.
- 10 Es wird ein schwarzes, elektrolythaltiges Pulver erhalten, das das Alkalimetallsalz, vorzugsweise Kaliumsalz, der Verbindung der Formel



zu etwa 50 % enthält. Diese Disazoverbindung besitzt sehr gute Farbstoffeigenschaften und färbt nach den für Reaktivfarbstoffe üblichen Färbe- und Druckverfahren Cellulosefasermaterialien in schwarzen Tönen mit sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten.

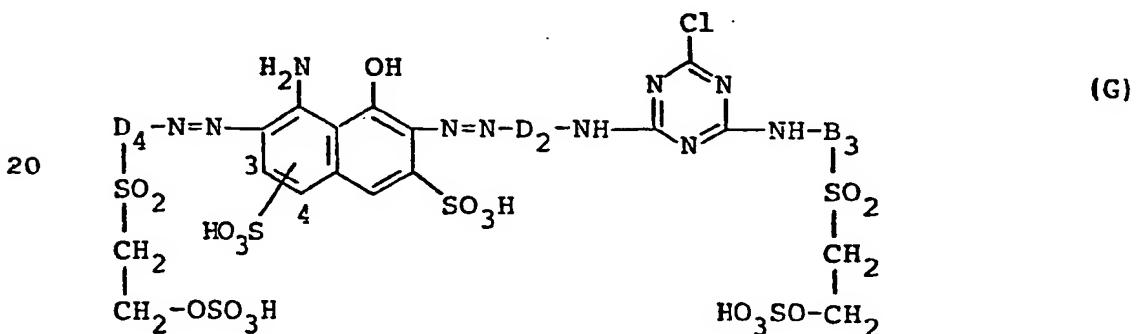
Beispiele 267 bis 273

- 30 Verfährt man in erfindungsgemäßer Weise zur Herstellung von erfindungsgemäßen Disazoverbindungen, so beispielsweise analog einer der oben angegebenen Verfahrensweisen der Ausführungsbeispiele, vorzugsweise analog dem Beispiel 266, und setzt hierzu entsprechende Reaktionskomponenten (als erste 35 Diazokomponente ein Anilin mit einer β -Sulfatoethylsulfonylverbindung, als zweite Diazokomponente ein Reaktionsprodukt

aus einer Anilinverbindung mit einer β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe, Cyanurchlorid und einer Diaminobenzol-Verbindung sowie als Kupplungskomponente 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure) ein, wie sie aus den nachfolgenden

- 5 Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (G) ersichtlich sind, so erhält man die in den nachfolgenden Tabellenbeispielen mit den dort angegebenen Formelresten der Formel (G) gekennzeichneten wertvollen Disazoverbindungen entsprechend der allgemeinen Formel (1), die ebenfalls
10 sehr gute Farbstoffeigenschaften besitzen und nach in der Technik üblichen Applikations- und Fixiermethoden für faserreaktive Farbstoffe auf Cellulosefasermaterialien kräftige, echte Färbungen und Drucke mit den in den Beispielen angegebenen Farbtönen liefern.

15



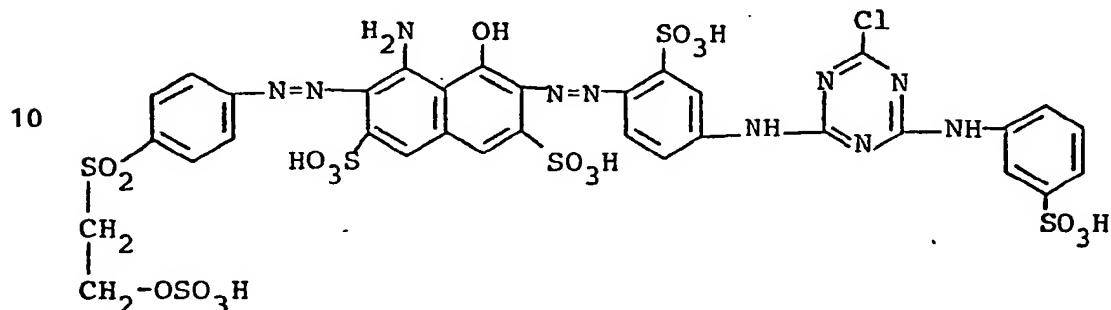
0048355

Bsp.	D ₄	D ₂	B ₃	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5 267				3	schwarz
10 268				3	grünstichig schwarz
15 269				3	marineblau
20 270				3	dunkelblau
25 271				4	marineblau
30 272		dito		3	schwarz
35 273				4	schwarz
35 273a				3	marineblau
35 273b		dito		3	marineblau

Beispiel 274

Es wird die Monoazoverbindung des Beispiele 266 hergestellt und zur Synthese der Disazoverbindung daraus die zweite Kupplungsreaktion gemäß den Angaben des Beispiele 239

5 durchgeführt. Nach üblicher Isolierung des Farbstoffes erhält man das Alkalimetallsalz der Verbindung der Formel

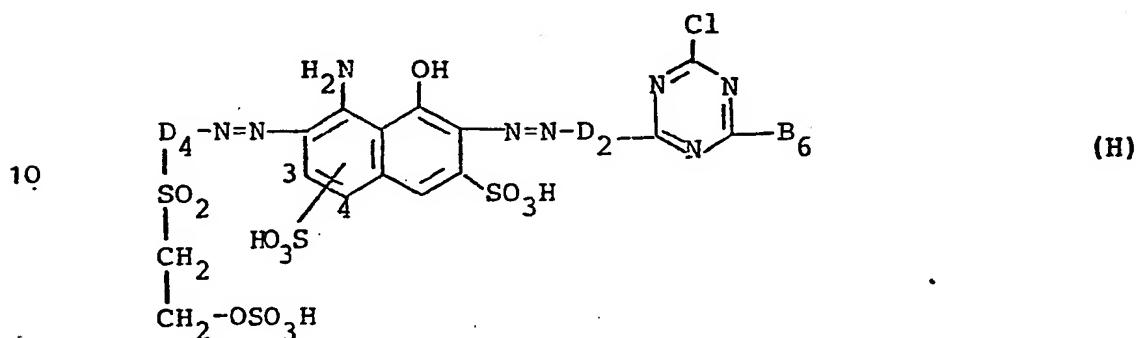


in Form eines schwarzen, elektrolythaltigen Pulvers. Diese Verbindung zeigt sehr gute Farbstoffeigenschaften und liefert nach den in der Technik üblichen Applikations- und Fixierverfahren auf Cellulosefasermaterialien schwarze Färbungen und Drucke mit sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten. Auf Wolle werden aus schwach saurem Bade ebenfalls schwarze Färbungen erhalten, deren Naßechtheiten nach ammoniakalischer Nachbehandlung ausgezeichnet sind.

25 Beispiele 275 bis 280

Man verfährt in erfindungsgemäßer Weise zur Herstellung der Verbindungen der allgemeinen Formel (1) analog einer der obengenannten Ausführungsbeispiele durch Umsetzung einer Diazokomponente mit einer β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe mit einer 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure mit anschließender Kupplung einer zweiten Diazokomponente aus einem Kondensationsprodukt einer Diaminobenzol-Verbindung mit Cyanurchlorid und einer Aminoverbindung. Setzt man hierfür die in den nachfolgenden Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (H) ersichtlichen Aus-

gangskomponenten ein, so erhält man erfindungsgemäße Disazo-
verbindungen entsprechend der Formel (H), die sehr wert-
volle faserreaktive Farbstoffeigenschaften besitzen und
Cellulosefasermaterialien wie auch Wolle in echten Tönen
5 mit den angegebenen Nuancen färben.



0048355

Farbton auf
Baumwolle

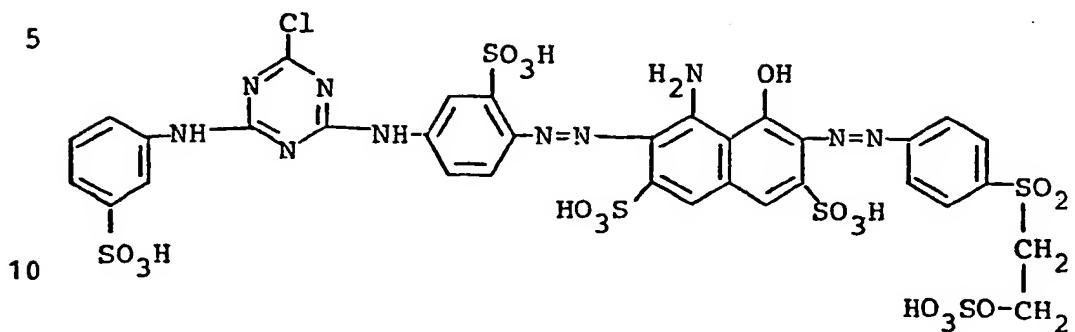
Bsp.	D ₄	D ₂	B ₆	Stellg. von HO ₃ S-	Farbton auf Baumwolle
5 275				3	schwarz
10 276				3	schwarz
15 277				3	marineblau
20 278				3	schwarz
25 279				4	marineblau
30 280				3	grünstichig schwarz
280a				3	marineblau

Beispiel 281

Eine Lösung von 19,5 Teilen Cyanurchlorid in 100 Volumenteilen Aceton wird in ein Gemisch aus 200 Teilen Wasser und 100 Teilen Eis eingerührt. Zu der so erhaltenen Suspension gibt man eine Lösung aus 17,3 Teilen Anilin-3-sulfonsäure, 100 Teilen Wasser und 50 Volumenteilen einer wäßrigen 2n-Natronlauge. Die erste Kondensationsreaktion wird bei 0 bis 5°C und bei einem pH-Wert von 3 bis 4 unter einstündigem Rühren durchgeführt. Anschließend wird eine neutrale Lösung von 18,8 Teilen 1,4-Diaminobenzol-2-sulfonsäure in 200 Teilen Wasser zugegeben; diese zweite Kondensationsreaktion erfolgt bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 unter mehrstündigem Rühren bei 25 bis 28°C. Nach beendeter Kondensation wird die Lösung mit 35 Volumenteilen einer wäßrigen 31 %igen Salzsäure und 500 Teilen Eis versetzt und durch langsame Zugabe von 20 Volumenteilen einer wäßrigen 5n-Natriumnitritlösung bei einer Temperatur von 0 bis 5°C diazotiert. Nach Zerstörung überschüssiger salpetriger Säure wird die Diazoniumsalzlösung mit Natriumacetat auf einen pH-Wert von 2,5 bis 3,0 gestellt und in der Kälte in eine Lösung von 31,9 Teilen 1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure in 1500 Teilen Wasser langsam (tropfenweise) gegeben; der pH-Wert wird hierbei mittels Natriumacetat bei 2,5 bis 3,0 gehalten. Nach beendeter Kupplung wird die gebildete Monoazoverbindung mit Kaliumchlorid ausgefällt und abgesaugt. Sie wird ohne vorheriges Trocknen in 2000 Teilen Wasser gelöst. Diese Lösung der Monoazoverbindung wird sodann bei einem pH-Wert von 5,5 bis 6,5 mit einer Diazoniumsalzsuspension aus 28,1 Teilen Anilin-4-β-sulfatoäthylsulfon (vgl. Beispiel 256) versetzt. Die Kupplungsreaktion wird bei diesem pH-Wert unter mehrstündigem Rühren zu Ende geführt, die gebildete Disazoverbindung mit Natriumchlorid ausgefällt, abgesaugt und getrocknet.

Man erhält ein schwarzes, elektrolythaltiges Pulver, das

das Alkalimetallsalz, vorwiegend Natriumsalz, der Verbindung
der Formel

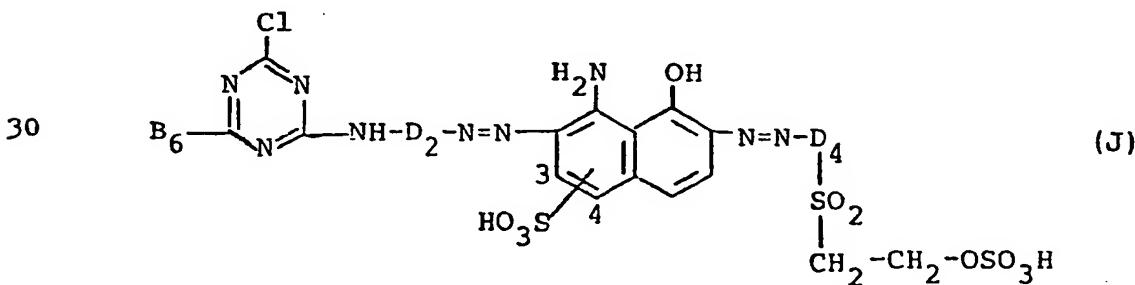


in einem Anteil von etwa 50 % enthält. Diese Disazoverbin-
dung besitzt sehr gute faserreaktive Farbstoffeigenschaften-
15 und färbt nach den bekannten und üblichen Methoden Cellu-
losefasermaterialien, wie Baumwolle, in tiefen schwarzen
Tönen von sehr guten Gebrauchs- und Fabrikationsechtheiten,
wie insbesondere sehr gute Wasch-, Wasser-, Schweiß-, Alkali-
und Säureechtheit.

20

Beispiele 282 bis 292

Man verfährt in analoger Weise wie im vorherigen Beispiel
25 beschrieben zur Herstellung von erfindungsgemäßen Disazover-
bindungen entsprechend der allgemeinen Formel (J)



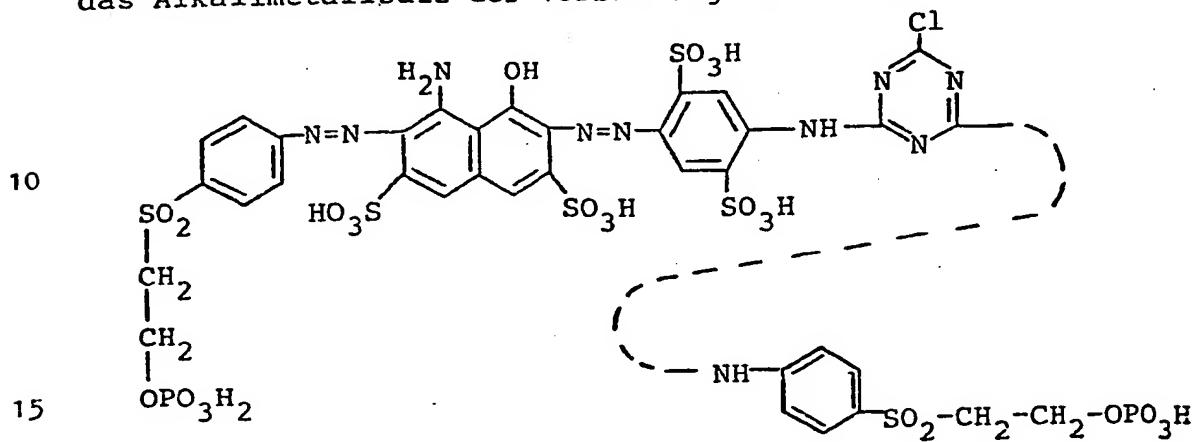
die in den nachfolgenden Tabellenbeispielen durch die angegebenen Formelreste charakterisiert sind, indem man entsprechend zuerst eine Diazokomponente herstellt, die das Reaktionsprodukt eines Amins, Cyanurchlorid und einer
5 Diaminobenzol-Verbindung ist, diese sodann diazotiert und auf 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure kuppelt und darauf die hieraus gebildete Monoazoverbindung mit einem Anilinderivat mit einer β -Sulfatoäthylsulfonylgruppe als zweite Diazokomponente umsetzt. Diese Reaktionskomponenten sind aus den Tabellenbeispielen in Verbindung mit der allgemeinen Formel (J) ersichtlich. Die in diesen Beispielen 282 bis 292 beschriebenen erfindungsgemäßen Disazoverbindungen zeigen ebenfalls sehr gute faserreaktive Farbstoffeigenschaften und liefern beispielsweise auf Baumwollmaterialien echte Färbungen mit den in den Beispielen angegebenen Nuancen.

Bsp.	B_6	D_2	D_4	HO_3S^-	Baumwolle
5 282				3	grünstichig marineblau
10 283		dito		3	marineblau
15 284				3	schwarz
20 285		dito		3	grünstichig schwarz
25 286				3	schwarz
30 287	dito	dito		4	schwarz
35 288	dito	dito		3	schwarz
289	H_2N-			3	grünstichig schwarz
30 290	$(C_2H_5)_2N-$			3	schwarz
35 291				3	schwarz
292		dito		3	schwarz

Beispiel 293

Man verfährt zur Herstellung einer erfindungsgemäßen Disazoverbindung gemäß den Angaben des Beispiels 266, setzt jedoch anstelle der Anilin-4- β -sulfatoäthylsulfon-Verbindung

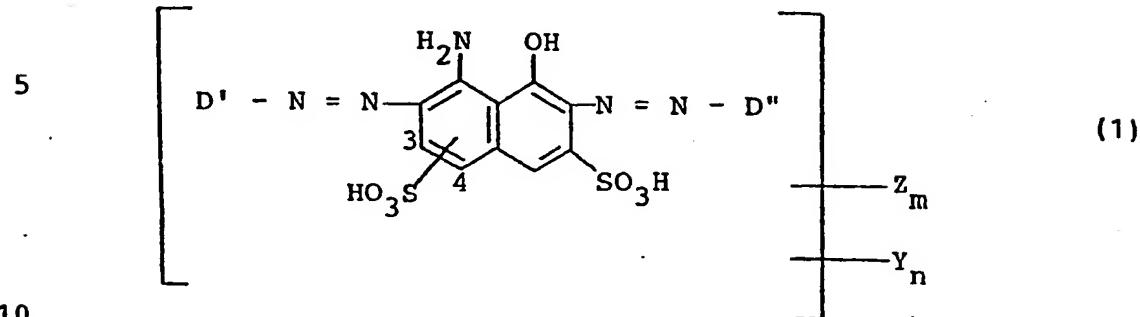
- 5 26,5 Teile Anilin-4- β -phosphatoäthylsulfon ein. Man erhält das Alkalimetallsalz der Verbindung der Formel



das ähnlich gute Farbstoffeigenschaften wie der Disazofarbstoff des Beispiels 266 besitzt.

Patentansprüche

1. Wasserlösliche Disazoverbindungen der allgemeinen Formel (1)



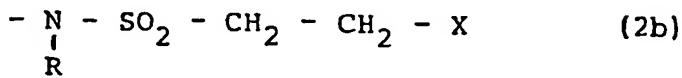
und ihre Salze, in welcher bedeuten:

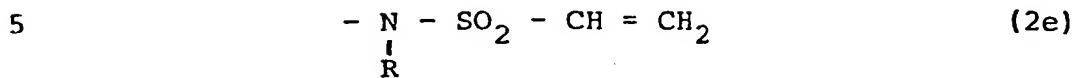
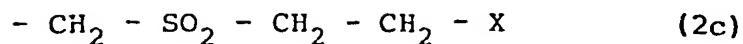
D' ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind und zusätzlich durch einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl und niederes Alkoxy substituiert sein können;

D" ist der Phenylrest oder der Naphthylrest, die durch eine Gruppe des nachstehend definierten Formelrestes Y oder Formelrestes Z substituiert sind und zusätzlich durch einen oder zwei Substituenten aus der Gruppe Sulfo, Chlor, Brom, niederes Alkyl und niederes Alkoxy substituiert sein können;

D' und D" können zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen; die eine Sulfogruppe im Disulfo-1-amino-8-hydroxy-naphthylen-Rest steht in 3- oder 4-Stellung dieses Naphthalinrestes;

Z ist eine Gruppe der Formel (2a), (2b), (2c), (2d),
(2e) oder (2f)



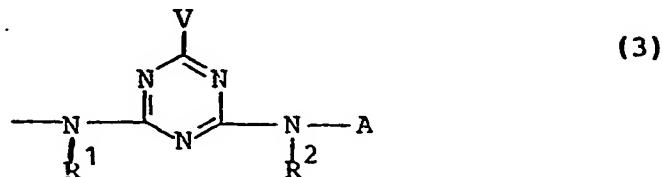


10 in welchen R eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen darstellt und

X ein Chloratom, die Acetyloxy-, die Thiosulfato-, die Phosphato- oder die Sulfatogruppe bedeutet;

γ ist ein Rest der Formel (3)

15



20

in welcher bedeuten:

R^1 ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen;

R^2 ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von 1 bis 4 C-Atomen, wobei

R^1 und R^2 zueinander gleiche oder voneinander verschiedene Bedeutungen besitzen können:

V. Ist das Chlor- oder Bromatom:

A ist ein Wasserstoffatom oder eine Alkylgruppe von

30 1 bis 6 C-Atomen, die substituiert sein kann, oder ist der Phenylrest, der durch Substituenten aus der Gruppe Methyl, Äthyl, Methoxy, Äthoxy, Chlor, Brom, Carboxy, Sulfo, Carbamoyl und Sulfamoyl substituiert sein kann, oder ist ein Rest der For-

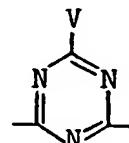
35 mel (4)

- B - Z

(4)

in welcher bedeuten:

- B ist der Phenyl- oder Naphthylenrest, die durch ein oder zwei Substituenten substituiert sein können, die aus der Menge, bestehend aus einer Sulfogruppe, einem Chloratom, einem oder zwei Methyl- oder Äthylgruppen und einer oder zwei Methoxy- oder Äthoxygruppen, ausgewählt sind,
- 5 Z besitzt die vorstehend genannte Bedeutung,
- m ist die Zahl Null oder 1 und
- 10 n ist die Zahl 1 oder 2, wobei die Summe von (m + n) gleich 2 ist und in der Verbindung der Formel (1) zwingend mindestens zwei Reste enthalten sind, die aus den Resten der oben definierten Formeln (2a) bis (2f) und der nachstehenden Formel (5)
- 15

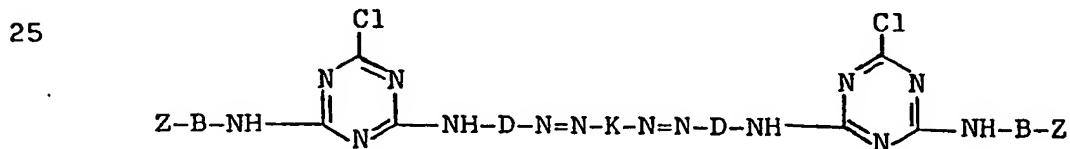


(5)

20

mit V der obengenannten Bedeutung ausgewählt sind.

2. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel



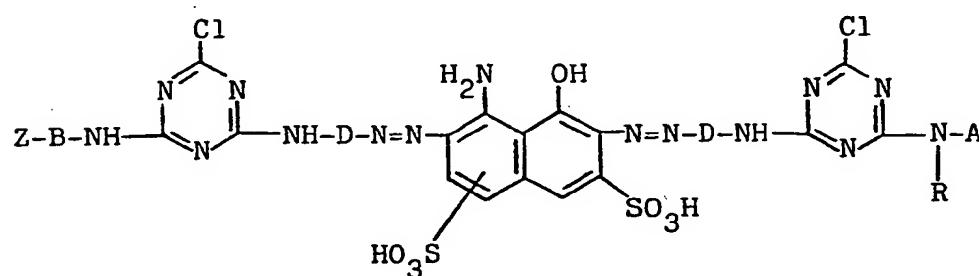
- 30 in welcher Z die in Anspruch 1 genannte Bedeutung besitzt, B der Phenylrest ist, der durch eine Sulfogruppe oder durch eine Methylgruppe oder Methoxygruppe oder ein Chloratom oder zwei Methoxygruppen oder eine Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein kann, wobei die beiden Formelreste B gleich oder verschieden voneinander sein können; D ist der Phenylrest, der durch eine oder zwei Sulfogruppen oder eine Methoxygruppe, eine Methylgruppe oder ein Chloratom oder durch zwei
- 35

Methoxygruppen oder durch eine Methoxy- und eine Methylgruppe substituiert sein kann, wobei die beiden Formelreste D gleich oder verschieden voneinander sein können, und K den bivalenten Rest der als Kupplungskomponente dienenden, doppel-ankuppelbaren 1-Amino-8-naphthol-3,6- oder -4,6-disulfonsäure steht,
 5 oder ein Salz davon.

3. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

10

15



20

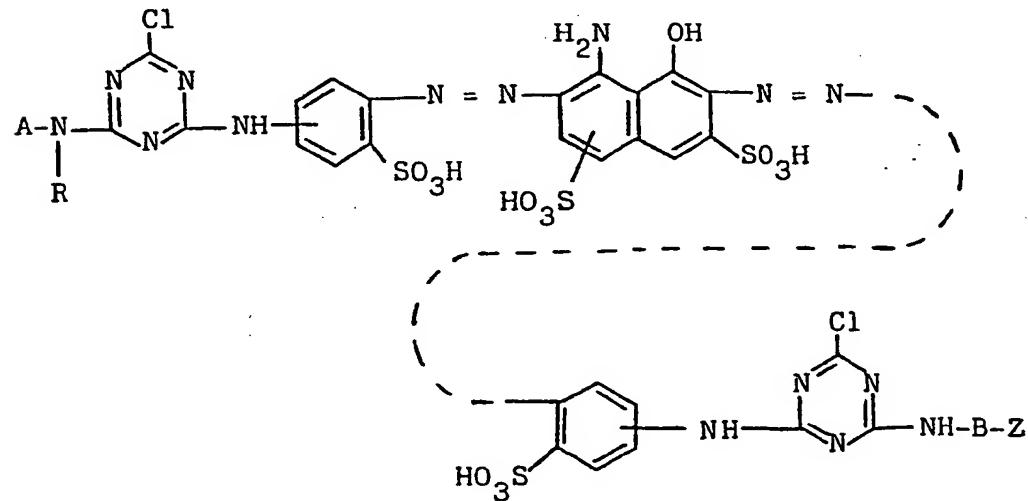
in welcher Z, B und D die in Anspruch 2 genannten Bedeutungen haben und R ein Wasserstoffatom oder eine Methyl- oder Äthylgruppe ist sowie A eine Methyl- oder Äthylgruppe, eine β -Hydroxyäthyl-, β -Sulfoäthyl-, Carboxyäthyl-, β -Sulfatoäthyl- oder Sulfophenyl-Gruppe bedeutet, oder ein Salz davon.

25

4. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel

30

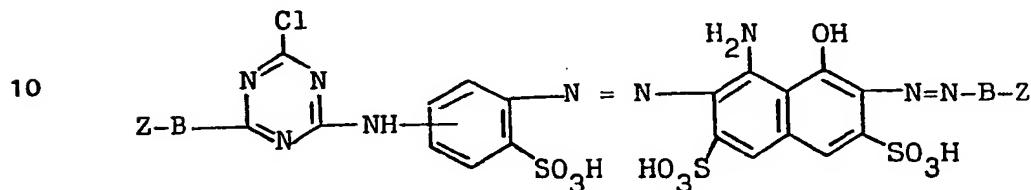
35



in welcher A, B, R und Z die in Anspruch 3 genannten Bedeutungen besitzen und worin die beiden freistehenden Aminobrücke in meta- oder para-Stellung zu den Azogruppen gebunden sind,

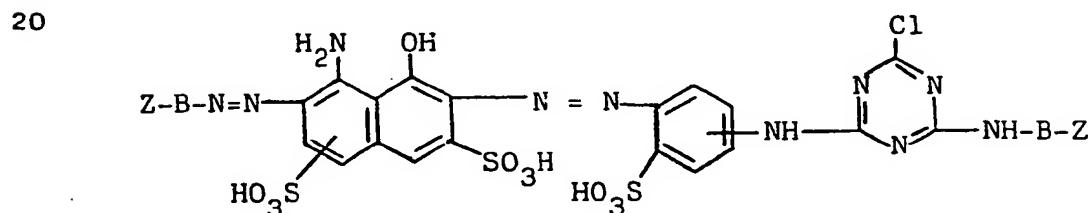
5 oder ein Salz davon.

5. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel



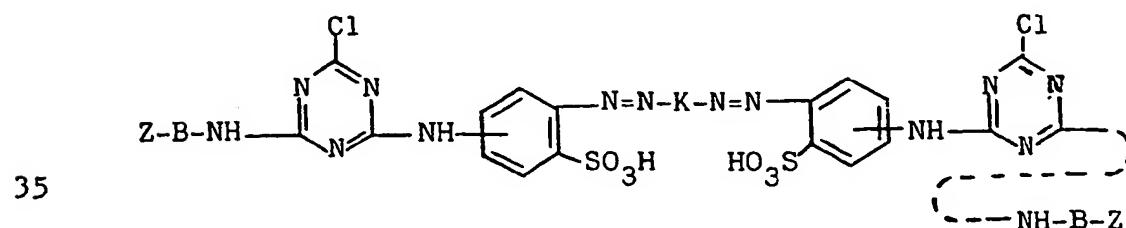
15 in welcher B und Z die in Anspruch 2 genannten Bedeutungen besitzen,
oder ein Salz davon.

6. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel



25 in welcher B und Z die in Anspruch 2 genannten Bedeutungen besitzen,
oder ein Salz davon.

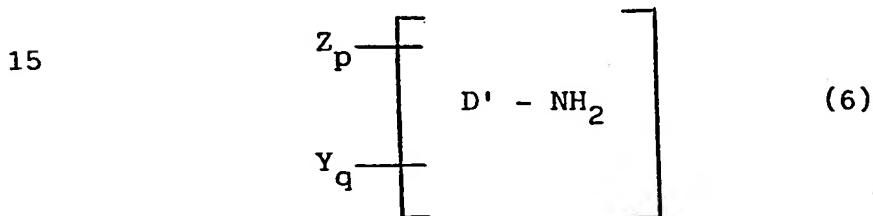
30 7. Verbindung nach Anspruch 1 der allgemeinen Formel



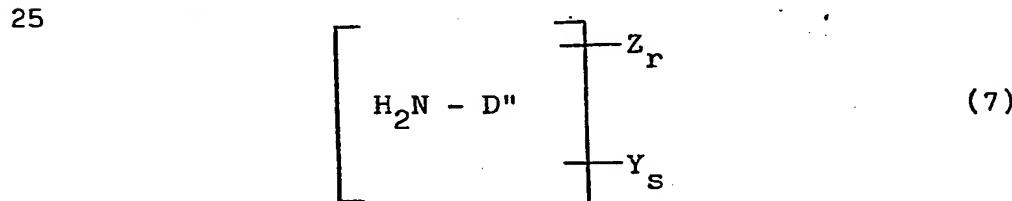
in welcher B, Z und K die in Anspruch 2 genannten Bedeu-

tungen besitzen,
oder ein Salz davon.

8. Verbindung nach einem der Ansprüche 1 bis 7, in welcher
5 Z für die β -Sulfatoäthylsulfonyl- oder die Vinylsulfonyl-
Gruppe steht.
9. Verfahren zur Herstellung einer der in Anspruch 1 defi-
nierten Disazoverbindung der allgemeinen Formel (1),
10 dadurch gekennzeichnet, daß man in äquimolaren Mengen
1-Amino-8-naphthol-3,6-disulfonsäure oder 1-Amino-8-
naphthol-4,6-disulfonsäure mit einer Diazoniumverbindung
eines Amins der allgemeinen Formel (6)



- 20 in welcher D' , Z und Y die in Anspruch 1 genannten
Bedeutungen haben und p und q jedes für die Zahl Null
oder 1 steht, und nachfolgend die gebildete Monoazover-
bindung mit einer Diazoniumverbindung eines Amins der
allgemeinen Formel (7)



- 30 in welcher D'' , Z und Y die in Anspruch 1 genannten Bedeu-
tungen besitzen und r und s jedes für die Zahl Null
oder 1 steht, umsetzt, wobei man die Amine der allgemei-
nen Formeln (6) und (7) so auswählt, daß die Summe von
(p + q) gleich 1, die Summe von (r + s) gleich 1, die
Summe von (p + r) gleich Null oder 1 und die Summe von
(q + s) gleich 1 oder 2 ist und die Diazokomponenten

0048355

- 61 -

HOE 80/F 191

der allgemeinen Formeln (6) und (7) gleich oder voneinander verschieden sein können.

10. Verwendung der Disazoverbindungen von Anspruch 1 als
5 Farbstoffe.

0048355

Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 6753

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	
X	DE - A - 2 740 152 (NIPPON KAYAKU K.K.) * Patentanspruch 1 * --	1,9,10	C 09 B 62/09 62/513 62/533 D 06 P 3/66 3/10
X	JP - A - 53 117 024 (NIPPON KAYAKU K.K.) * Ganzes Dokument * --	1,9,10	
X	RESEARCH DISCLOSURE, Dezember 1976, Industrial Opportunities Ltd. POGIEF; abstract 15209, Seite 6; Vants Hants GB "Dizazo reactive dyestuffs" * Seite 6, "abstract" 15209 *	1,9,10	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl.)
P	EP - A - 0 031 099 (BASF) * Patentansprüche 1,2; Beispiel 19 und Tabelle 2; Beispiele 54,56,57,58,64 *	1,10	C 09 B 62/533 62/527 62/523 62/513 62/507 62/503 62/453 62/447 62/443 62/44 62/09 62/08 62/04 62/03 . / .
			KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE
X	X: von besonderer Bedeutung allein betrachtet		
Y	Y: von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie		
A	A: technologischer Hintergrund		
O	O: nichtschriftliche Offenbarung		
P	P: Zwischenliteratur		
T	T: der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze		
E	E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldeatum veröffentlicht worden ist		
D	D: in der Anmeldung angeführtes Dokument		
L	L: aus andern Gründen angeführtes Dokument		
&	& Mitglied der gleichen Patentfamilie. Übereinstimmendes Dokument		
	Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt.		
Recherchenort	Abschlußdatum der Recherche	Prüfer	
Den Haag	24-12-1981	GINESTET	

0048355



Europäisch s
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung

EP 81 10 6753

-2-

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl.)
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	betrifft Anspruch	RECHERCHIERTE SACHGEBiete (Int. Cl.)
			C. 08 B 62/026 62/022 62/02 62/01 62/006 62/002

